

# Entstehung und Eigenschaften von UFG Gradientengefügen durch Spaltprofilieren und Spalt- biegen höherfester Stähle



TECHNISCHE  
UNIVERSITÄT  
DARMSTADT

Vom Fachbereich Material- und Geowissenschaften  
der Technischen Universität Darmstadt

zur Erlangung des akademischen Grades eines

Doktor Ingenieurs  
(Dr.-Ing.)

genehmigte Dissertation  
vorgelegt von

Dipl.-Ing. Vanessa Kaune  
aus Dieburg

Hauptberichterstatter: Prof. Dr.-Ing. C. Müller  
Nebenberichterstatter: Prof. Dr. B. Xu

Tag der Einreichung: 14.08.2013  
Tag der mündlichen Prüfung: 23.10.2013

Darmstadt 2013

D17



---

## Inhaltsverzeichnis

---

|          |   |           |
|----------|---|-----------|
| <b>1</b> | <b>Einleitung.....</b>  | <b>1</b>  |
| <b>2</b> | <b>Literaturübersicht.....</b>                                      | <b>5</b>  |
| 2.1      | Nanokristalline und ultrafeinkörnige Werkstoffe.....                | 5         |
| 2.2      | Erzeugung von UFG-Werkstoffen .....                                 | 6         |
| 2.2.1    | Equal-Channel Angular Pressing (ECAP) .....                         | 9         |
| 2.2.2    | High Pressure Torsion (HPT) .....                                   | 12        |
| 2.2.3    | Accumulative Roll-Bonding (ARB) .....                               | 15        |
| 2.2.4    | Surface Severe Plastic Deformation (S <sup>2</sup> PD) .....        | 17        |
| 2.3      | Eigenschaften von UFG-Gefügen .....                                 | 20        |
| 2.3.1    | Statische Festigkeit und Hall-Petch-Beziehung .....                 | 20        |
| 2.3.2    | Duktilität .....  | 23        |
| 2.3.3    | Scherbandbildung.....   | 27        |
| 2.4      | Spaltprofilieren und Spaltbiegen .....                              | 30        |
| 2.4.1    | Grundlagen des Spaltprofilierens.....                               | 31        |
| 2.4.2    | Eigenschaften von Spaltprofilen .....                               | 33        |
| 2.4.3    | Grundlagen des Spaltbiegens.....                                    | 36        |
| 2.5      | Texturen.....   | 38        |
| 2.5.1    | Darstellung kristallografischer Texturen .....                      | 39        |
| 2.5.2    | Walz- und Schertexturen kubisch raumzentrierter (krz) Metalle ..... | 41        |
| 2.6      | Zielstellung der Arbeit .....                                       | 43        |
| <b>3</b> | <b>Experimentelle Durchführung .....</b>                            | <b>45</b> |
| 3.1      | Werkstoffe .....  | 45        |
| 3.2      | Fertigungsverfahren .....   | 46        |
| 3.2.1    | Spaltprofilieren.....   | 46        |
| 3.2.2    | Spaltbiegen.....  | 47        |
| 3.2.3    | High Pressure Torsion (HPT) .....                                   | 48        |
| 3.2.4    | Equal-Channel Angular Pressing (ECAP) .....                         | 50        |
| 3.3      | Wärmebehandlungen .....   | 51        |
| 3.4      | Gefügecharakterisierung.....  | 51        |
| 3.4.1    | Probenpräparation.....  | 51        |
| 3.4.2    | Mikroskopie.....  | 52        |
| 3.4.3    | Gefügeanalyse .....   | 53        |
| 3.4.4    | Texturanalyse .....   | 54        |
| 3.5      | Mechanische Werkstoffcharakterisierung .....                        | 54        |
| 3.5.1    | Härtemessungen.....   | 54        |
| 3.5.2    | Zugversuche .....   | 55        |
| 3.5.3    | 3-Punkt-Biegung.....  | 56        |
| 3.5.4    | FEM-Modellierung.....   | 57        |

|          |   |            |
|----------|---|------------|
| <b>4</b> | <b>Ergebnisse.....</b>  | <b>58</b>  |
| 4.1      | Ausgangsmaterial .....  | 58         |
| 4.2      | Gefügeentwicklung in der Prozesszone von Spaltprofilen.....                 | 60         |
| 4.3      | Gefüge in Spaltprofilen.....  | 65         |
| 4.3.1    | Ausgangszustand .....   | 65         |
| 4.3.2    | Einfluss von Wärmebehandlungen.....   | 67         |
| 4.4      | Gefüge in Spaltbiegeprofilen aus DD11 .....                                 | 68         |
| 4.5      | Gefüge in HPT-Proben aus ZStE500 .....                                      | 71         |
| 4.5.1    | Einfluss von Wärmebehandlungen.....   | 74         |
| 4.6      | Gefüge in ECAP-Proben aus ZStE500 .....                                     | 75         |
| 4.7      | Texturanalyse.....  | 76         |
| 4.7.1    | Flansch ZStE500.....  | 77         |
| 4.7.2    | Spaltbiegeprofil DD11 .....   | 78         |
| 4.7.3    | HPT ZStE500 .....   | 79         |
| 4.7.4    | ECAP ZStE500 .....  | 80         |
| 4.8      | Mechanische Eigenschaften von Spaltprofilen .....                           | 81         |
| 4.8.1    | Härte ZStE500 und 1.4016.....   | 81         |
| 4.8.2    | Zugversuche ZStE500 und 1.4016.....   | 84         |
| 4.8.3    | 3-Punkt-Biegung ZStE500.....  | 85         |
| 4.9      | Mechanische Eigenschaften von Spaltbiegeprofilen aus DD11.....              | 91         |
| 4.9.1    | Härte .....   | 91         |
| 4.9.2    | Zugversuche .....   | 92         |
| 4.10     | Mechanische Eigenschaften von HPT-Proben aus ZStE500.....                   | 93         |
| 4.10.1   | Härte .....   | 93         |
| 4.10.2   | Zugversuche .....   | 95         |
| 4.10.3   | 3-Punkt-Biegung.....  | 96         |
| 4.11     | Mechanische Eigenschaften von ECAP-Proben aus ZStE500.....                  | 97         |
| 4.11.1   | Härte .....   | 97         |
| 4.11.2   | Zugversuche .....   | 98         |
| <b>5</b> | <b>Diskussion.....</b>  | <b>101</b> |
| 5.1      | Entstehung und Eigenschaften des UFG-Gefüges in Spaltprofilen.....          | 101        |
| 5.2      | Charakteristische Eigenschaften von Spaltbiegeprofilen aus DD11 .....       | 107        |
| 5.3      | Vergleich der Eigenschaften von Spaltprofilen mit HPT- und ECAP-Proben..... | 109        |
| <b>6</b> | <b>Zusammenfassung .....</b>  | <b>121</b> |
| <b>7</b> | <b>Ausblick .....</b>   | <b>124</b> |
| <b>8</b> | <b>Literaturverzeichnis.....</b>  | <b>126</b> |
| <b>A</b> | <b>Anhang.....</b>  | <b>144</b> |



---

## Symbol- und Abkürzungsverzeichnis

---

### Lateinische Zeichen und Abkürzungen

|            |   |
|------------|---|
| a          | Aspektverhältnis/Kornstreckungsgrad                   |
| A          | Bruchdehnung  |
| $A_g$      | Gleichmaßdehnung                                      |
| ARB        | Accumulative Roll-Bonding                             |
| $d_0$      | Durchmesser der HPT-Probe                             |
| $d_{eff}$  | effektive Korngröße                                   |
| $d_{min}$  | Pancake-Dicke   |
| E          | Elastizitätsmodul                                     |
| EBSD       | Electron Backscatter Diffraction                      |
| ECAP       | Equal-Channel Angular Pressing                        |
| FEM        | Finite-Elemente-Methode                               |
| GNB        | geometrically necessary boundaries                    |
| GWKG       | Großwinkelkorngrenze                                  |
| HPT        | High Pressure Torsion                                 |
| HV         | Härte nach Vickers                                    |
| IDB        | incidental dislocation boundaries                     |
| IPF        | inverse Polfigur                                      |
| $k'$       | Hall-Petch-Konstante (Steigung)                       |
| kfz        | kubisch flächenzentriert                              |
| krz        | kubisch raumzentriert                                 |
| KWKG       | Kleinwinkelkorngrenze                                 |
| n          | Anzahl an Umdrehungen beim HPT                        |
| nc         | nanokristallin  |
| N          | Anzahl an Umformschritten beim ECAP                   |
| $N_c$      | Anzahl an Umformschritten der Umformroute C beim ECAP |
| ND         | Normalenrichtung                                      |
| ODF        | Orientation Distribution Function                     |
| $P_{ECAP}$ | Gegendruck beim ECAP                                  |
| $P_{HPT}$  | hydrostatischer Druck beim HPT                        |
| r          | Radius der HPT-Probe                                  |
| RD         | Walzrichtung  |
| $R_e$      | Streckgrenze  |
| $R_m$      | Zugfestigkeit   |
| $R_{p0,2}$ | 0,2 % Dehngrenze                                      |
| $s_f$      | Flanschdicke  |
| SMAT       | Surface Mechanical Attrition Treatment                |
| SPD        | Severe Plastic Deformation                            |
| $S^2PD$    | Surface Severe Plastic Deformation                    |
| $t_0$      | Dicke der HPT-Probe                                   |
| TD         | Querrichtung  |
| UFG        | ultrafine grained                                     |
| $V_{HPT}$  | Umformgeschwindigkeit beim HPT                        |

---

## Griechische Symbole

|                              |                              |
|------------------------------|------------------------------|
| $\alpha$                     | Flankenwinkel der Spaltwalze |
| $\gamma$                     | Scherdehnung                 |
| $\varepsilon$                | Dehnung                      |
| $\dot{\varepsilon}$          | Dehnrage                     |
| $\varphi_1, \varphi_2, \Phi$ | Eulerwinkel                  |
| $\varphi$                    | Umformgrad                   |
| $\sigma$                     | Spannung                     |



Die Fertigung von verzweigten Blechstrukturen in integraler Bauweise ermöglicht in der Produktionstechnik vor allem im Bereich des Leichtbaus ein hohes Anwendungspotenzial. Hinsichtlich des Konstruktionswerkstoffes ist dabei die Kombination aus hoher Festigkeit und gleichzeitig guter Verformbarkeit wünschenswert, um einerseits die Steifigkeit und die Lasttragfähigkeit der Strukturen zu erhöhen, andererseits aber auch eine Formgebung der Bauteile zu realisieren. Ein möglicher Ansatz hierfür ist die Erzeugung von ultrafeinkörnigen (UFG) Gefügen, die sich aufgrund ihrer Korngröße im submikrokristallinen Bereich durch eine hohe Härte und Festigkeit auszeichnen und aus materialwissenschaftlicher Sicht ein hochaktuelles Thema darstellen. Die Erzeugung der UFG-Gefüge kann über verschiedene Methoden erfolgen, wobei die Verfahren der Severe Plastic Deformation (SPD) zunehmend an Attraktivität gewonnen haben. Obwohl die klassischen SPD-Verfahren wie High Pressure Torsion (HPT), Equal-Channel Angular Pressing (ECAP) oder Accumulative Roll-Bonding (ARB) immer mehr an den industriellen Maßstab herangeführt werden, stellt die nicht kontinuierliche Umformung bzw. Fertigung einen Nachteil dar.

Das am Institut für Produktionstechnik und Umformmaschinen (PtU) der TU Darmstadt entwickelte innovative Massivumformverfahren Spaltprofilieren ermöglicht die kontinuierliche Fertigung verzweigter Blechprofile aus höherfesten Stählen. Diese weisen in den Verzweigungen einen Gefügegradienten auf, der im Bereich der gespaltenen Oberflächen ein UFG-Gefüge besitzt und mit zunehmendem Abstand zur Oberfläche in ein klassisch kaltverfestigtes Gefüge übergeht. Eine Modifizierung des Spaltprofilierens ist das neuere Umformverfahren Spaltbiegen, bei dem die Verzweigung nicht nur aus der Bandkante heraus, sondern aus jeder beliebigen Blechposition erzeugt werden kann. Diese Verfahrenserweiterung ermöglicht die Fertigung hochattraktiver Stringerprofile, wie sie beispielsweise im Schiffs- oder Flugzeugbau eingesetzt werden. Beim Spaltbiegen ergeben sich im Vergleich zum Spaltprofilieren neue Prozessparameter, deren Auswirkung auf die Profileigenschaften bisher unklar ist. Im Rahmen der Optimierung des Spaltbiegeverfahrens gilt es daher in dieser Arbeit zu klären, inwieweit die Erkenntnisse des Spaltprofilierens auf die spaltgebogenen Profile übertragbar sind.

Die während des Spaltprofilierens aufgetragenen hydrostatischen Druckspannungen führen in der Prozesszone zu ausreichend hohen Umformgraden, sodass ein UFG-Gefüge entsteht, das eine für den Umformprozess charakteristische „Pancake“-Struktur mit sehr hohen Kornstreckungsgraden besitzt. Diese UFG-Struktur bildet sich in den Spaltprofilen jedoch lediglich in einer oberflächennahen Schicht mit einer Dicke von wenigen Hundert  $\mu\text{m}$  aus, wodurch es aufgrund des geringen Probenvolumens bislang nur schwer möglich war, Aussagen über die globalen Eigenschaften des UFG-Gefüges zu treffen. Im Vergleich zum Spaltprofilieren ist es anhand von klassischen SPD-Verfahren wie HPT oder ECAP möglich, ein homogenes Bulk UFG-Gefüge zu erzeugen, wodurch Untersuchungen zu der Gefügeentstehung und den Eigenschaften aufgrund des ausreichenden Probenvolumens möglich sind. In der Literatur existieren diesbezüglich weitreichende Untersuchungen für verschiedene Werkstoffe, jedoch liegen bislang keine Ergebnisse über die für das Spaltprofilieren verwendeten

---

Stähle vor. Daher liegt der innovative Ansatz dieser Arbeit darin, die für das Spaltprofilieren verwendeten höherfesten Stähle durch die klassischen SPD-Verfahren HPT und ECAP umzuformen und somit in diesen Stählen erstmals ein homogenes Bulk UFG-Gefüge zu erzeugen. Ziel dabei ist es, Aussagen darüber treffen zu können, inwiefern durch die gewonnenen Kenntnisse des Bulk UFG-Gefüges die Eigenschaften und das Verhalten des Gefügegradienten der Flansche abgeleitet werden können. Dies ermöglicht einen Einblick darauf, welche Eigenschaften des UFG-Gefüges der Spaltprofile charakteristisch sind für den Umformprozess und welche den allgemeingültigen Eigenschaften von UFG-Gefügen entsprechen. Diese Ergebnisse liefern damit auch einen neuen Beitrag zum Verständnis der ablaufenden Umformprozesse des Spaltprofilierens.

In the field of lightweight construction the production of bifurcated profiles in integral style enables a high application potential. With regard to the material a combination of high strength and good ductility is desirable, in order to increase the stiffness and load capacity of the structures on the one hand and to realize the forming of the components on the other hand. One possible approach is the generation of ultrafine grained (UFG) microstructures. These structures are characterized by a high hardness and strength due to their grain size in the sub microcrystalline range and represent a highly topical issue in material science. The generation of the UFG microstructure can be achieved through various methods, in which the processes of Severe Plastic Deformation (SPD) have become increasingly attractive. Although the classic SPD processes such as High Pressure Torsion (HPT), Equal-Channel Angular Pressing (ECAP) or Accumulative Roll-Bonding (ARB) are more and more introduced to the industrial scale, the non-continuous production represents a disadvantage.

The Institute for Production Engineering and Forming Machines at the Technischen Universität Darmstadt developed the innovative forming process Linear Flow Splitting, which allows the continuous production of bifurcated metal sheets made of high-strength steels. These profiles exhibit a gradient in microstructure with an ultrafine grained microstructure at the split surface, that gradually turns into a classically strain hardened microstructure with increasing distance to the surface. A more recent modification of Linear Flow Splitting is the forming process Linear Bend Splitting, in which the bifurcation can be generated not only from the band edge, but out of any position of the sheet. This process modification allows the production of highly attractive stringer profiles as used for example in ships or aircrafts. With the Linear Bend Splitting process new forming parameters occur, whose effect on the profile properties is yet not clear. Therefore, in the context of optimizing the Linear Bend Splitting process, it is the aim of this work to clarify to what extent the findings of Linear Flow Splitting can be applied to the linear bend split profiles.

During Linear Flow Splitting high hydrostatic compressive stresses are applied on the material leading to sufficiently high deformation and the generation of an UFG microstructure, which is characterized by a pancake structure with very high aspect ratios. However, the UFG microstructure exists only in a near-surface layer in the profiles with a thickness of a few hundred microns. Due to the small sample volume it has therefore been very difficult to obtain information about the global properties of the UFG microstructure. In comparison with Linear Flow Splitting it is possible to produce a homogeneous bulk UFG microstructure by means of conventional SPD methods such as HPT or ECAP. Thus, due to the sufficient sample volume, studies on the microstructure formation and the properties become possible. Extensive studies of various materials can be found in literature regarding this, but there are currently no results for the steels used for the Linear Flow Splitting Process. Hence, the innovative approach of this work is to deform the high strength steels used for Linear Flow Splitting by the classic SPD processes HPT and ECAP and thus to produce a homogeneous bulk UFG structure for the first time in these steels. The aim is to give conclusions about to what extent the properties and the behavior of the flanges with a gradient in micro-

---

structure can be derived by the findings gained of the bulk UFG microstructure. This enables an insight on which properties of the UFG microstructure of the linear flow split profiles are characteristic for the forming process and which correspond to the general properties of UFG microstructures. These results also contribute to the understanding of the forming processes of Linear Flow Splitting.

## 2 Literaturübersicht

### 2.1 Nanokristalline und ultrafeinkörnige Werkstoffe

Nanokristalline Werkstoffe sind seit einigen Jahrzehnten Gegenstand der Forschung, da sie aufgrund ihrer besonderen Eigenschaften ein hohes Potenzial für die technische Anwendung besitzen [Sur1995, Kum03, Val12]. In der Literatur werden für nanokristalline (nc) Werkstoffe verschiedene Definitionen angeführt. Suryanarayana und Kumar et al. definieren nc-Werkstoffe bis zu einer Korngröße  $\leq 100$  nm [Sur1995, Kum03], wohingegen Gleiter Werkstoffe mit einer Korngröße zwischen 1–10 nm als nanokristallin betrachtet [Gle00]. Koch diskutiert darüber hinaus, dass die konventionelle Klassifizierung von nc-Werkstoffen anhand von Korngrößen  $\leq 100$  nm nicht immer sinnvoll ist, da die Eigenschaften und Umformmechanismen von nc-Werkstoffen nicht allein von der Korngröße, sondern auch von der Korngrößenverteilung sowie der Korngrenzstruktur beeinflusst werden [Koc09, Mey06a]. Daher ist die Klassifizierung von nc-Werkstoffen über korngrößenabhängige Eigenschaften sinnvoll, durch die der Definitionsbereich „nanokristallin“ gelockert wird [Koc09]. Ein Beispiel hierfür ist die Abhängigkeit der mechanischen Festigkeit von der Korngröße und den damit verbunden Umformmechanismen. Im Allgemeinen wird zwischen Umformmechanismen basierend auf Korngrenzprozessen und basierend auf Versetzungsbewegung unterschieden. Die Deformation über Korngrenzprozesse läuft typischerweise bei Korngrößen bis zu 10 nm ab und in der Literatur wird dieser Bereich häufig als Nano-1 bezeichnet (Abb. 2.1). An diesen Bereich schließt sich der Bereich mit versetzungsdominierter Umformung an, wobei auch hier zwischen Korngrößen und den damit verbundenen Mechanismen im nc-Bereich (Nano-2) und im sogenannten ultrafeinkörnigen (UFG)-Bereich unterschieden wird.

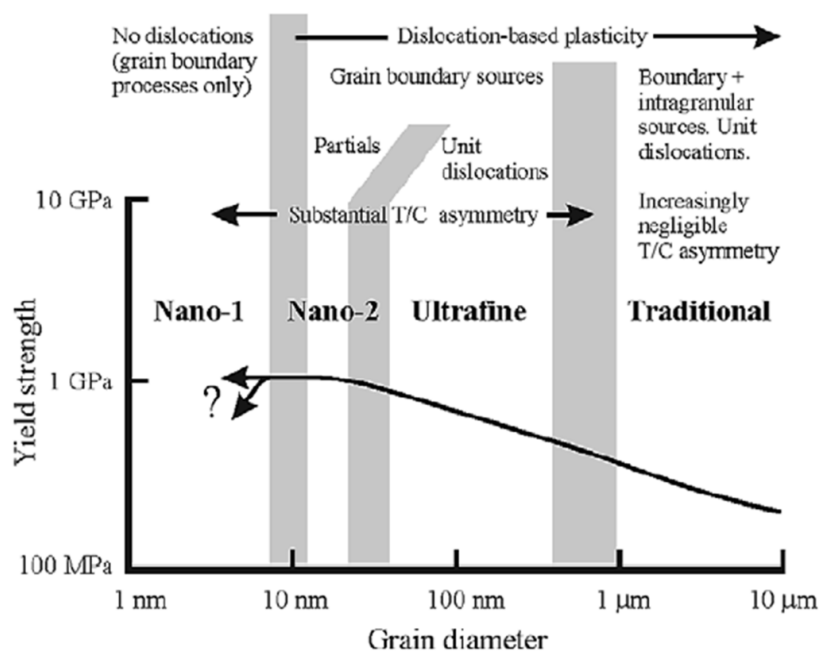


Abb. 2.1: Deformationsschaubild am Beispiel von Kupfer [Che03, Koc09]



---

Viele weitere Beispiele zeigen, dass eine Begrenzung von nc-Werkstoffen auf eine Korngröße von 100 nm nicht immer sinnvoll ist und viele interessante Änderungen der Werkstoffeigenschaften im Bereich von 100 nm–500 nm auftreten [Koc09]. Im Bereich der oberen Definitionsgrenze von nc-Werkstoffen wird häufig der Begriff der ultrafeinkörnigen (UFG) Gefüge verwendet.

Valiev et al. definieren UFG-Gefüge in Materialien mit einer Korngröße zwischen 100 nm und 1000 nm. Neben der Korngröße umfasst die Definition auch ein nahezu homogenes Gefüge mit gleichachsigen Körnern und einem überwiegenden Anteil an Großwinkelkorngrenzen ( $\text{GWKG} > 50\%$ ), was für das Erreichen der verbesserten Eigenschaften im Vergleich zu den grobkörnigen Gefügen von großer Bedeutung ist [Val00]. Pragnell et al. erweitern die Definition für UFG-Gefüge insofern, dass ein mittlerer Abstand der Großwinkelkorngrenzen von  $\leq 1\ \mu\text{m}$  in alle Richtungen und ein Anteil von GWKG von mindestens 70 % vorliegen muss [Pra01].

Nicht immer wird durch das Herstellungsverfahren ein gleichachsiges UFG-Gefüge oder ein Anteil an Großwinkelkorngrenzen von 70 % erzeugt, wodurch in vielen Fällen nach den Definitionen von Valiev et al. und Pragnell et al. keine UFG-Gefüge vorliegen würden. In dieser Arbeit wurde für das UFG-Gefüge die Definition nach Valiev verwendet, wobei durch das Spaltprofilieren extrem gestreckte Körner vorliegen und daher eine geeignete Korngrößenbeschreibung herangezogen wurde. Demnach liegt ein UFG-Gefüge vor, wenn die effektive Korngröße weniger als  $1\ \mu\text{m}$  und der Anteil an Großwinkelkorngrenzen mindestens 50 % beträgt.

## 2.2 Erzeugung von UFG-Werkstoffen

Die Erzeugung von feinkörnigen Werkstoffen kann prinzipiell entweder über die „bottom-up“ oder die „top-down“ Methode erfolgen [Koc09, Mey06a]. Bei der „bottom-up“ Methode werden Atome oder Moleküle zu nanostrukturierten Werkstoffen verbunden, zu deren Verfahren die Inertgas Kondensation [Sie1993], die elektrolytische Abscheidung [Erb1995] und das Sintern [Gro1999] zählen. Nachteile dieser Verfahren sind, dass sie meistens aus zwei Prozessschritten bestehen und der Kompaktierungsschritt nicht immer zu einem vollständig dichten bzw. verbundenen Werkstoff führt. Darüber hinaus können sich die bei den Abscheidungsverfahren zugegebenen Additive an den entstehenden Korngrenzen ablagern und zu einem spröden Umformverhalten des nc-Werkstoffs führen [Koc09].

Der Ansatz der „top-down“ Methode beruht auf der Kornfeinung eines massiven Werkstoffs und ist durch die Verfahren der Severe Plastic Deformation (SPD) möglich [Val00, Mey06a, Pip10], die in den vergangenen Jahren zunehmend an Attraktivität gewonnen haben. Die über die SPD-Verfahren hergestellten nc-Werkstoffe weisen keine Porosität auf, ihre vergleichsweise großen Probendimensionen bieten ein hohes Potenzial für technologische Anwendungen und es können kommerziell erhältliche Werkstoffe eingesetzt werden [Val09].

Die Kornfeinung wird bei den SPD-Verfahren durch extreme Dehnung unter hohen hydrostatischen Drücken bei niedrigen Temperaturen erreicht [Val00, Zeh03]. Hughes und Hansen sowie Pragnell et al. stellen ein detailliertes Modell der Kornfeinung vor, das im Folgenden erläutert wird [Hug1997, Pra01].

Zu Beginn der Umformung, bei niedrigeren plastischen Dehnungen im Bereich  $\epsilon < 2$ , bilden sich in den ursprünglichen Körnern verformungsinduzierte Deformationsbänder aus, die durch Großwinkelkorngrenzen voneinander getrennt vorliegen. Innerhalb dieser Verformungsbänder entwickelt sich eine Subkornstruktur aus Zellblöcken, die durch Mikrobänder oder dichte Versetzungswände abgegrenzt werden (Abb. 2.2, links). In der Subkornstruktur wird zwischen geometrisch notwendigen Korngrenzen (geometrically necessary boundaries, GNB) und zufällig auftretenden Korngrenzen (incidental dislocation boundaries, IDB) unterschieden. Die GNB's bilden dabei größtenteils die Mikrobänder bzw. Versetzungswände aus und besitzen teilweise bereits eine Fehlorientierung  $> 10^\circ$ , wohingegen die IDB's eine geringe Fehlorientierung von  $< 3^\circ$  aufweisen und ein Netzwerk aus Versetzungszellen bilden.

Bei mittleren Dehnungen ( $2 < \epsilon < 6$ ) entsteht zunehmend eine gestreckte, lamellare Struktur durch die Rotation der GWKG in Scherrichtung (Abb. 2.2, rechts).

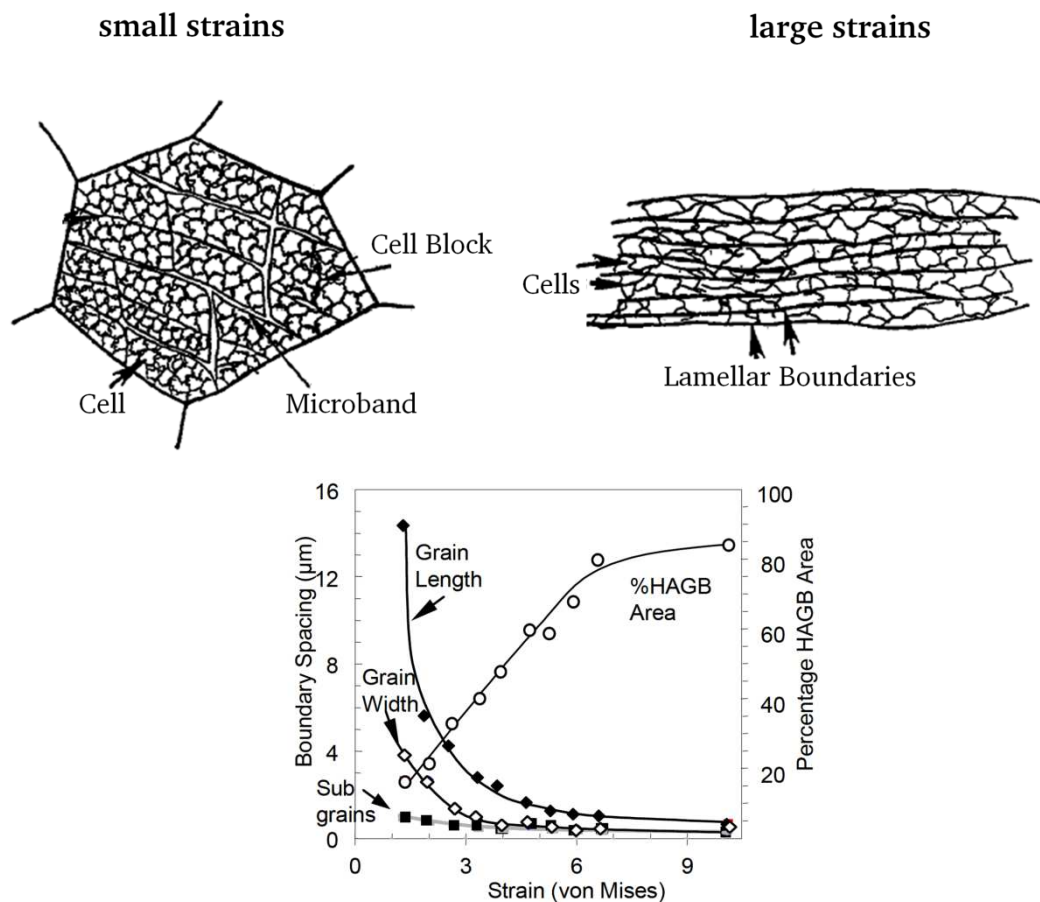


Abb. 2.2: Schematische Darstellung der Kornfeinung bei kleinen Dehnungen (links) bis zu großen Dehnungen (rechts) [Hug1997]. Unten: Entwicklung des mittleren Korngrenzabstands und des Anteils an Großwinkelkorngrenzen (HAGB) [Pra01]

---

In kristallografisch ungünstig orientierten Deformationsbändern nimmt mit zunehmender Dehnung die Fehlorientierung schneller zu als in kristallografisch günstig orientierten Bereichen und es werden neue Großwinkelkorngrenzen ausgebildet. Dadurch werden die primären Deformationsbänder sowohl in der langen Achse als auch senkrecht dazu segmentiert. Dieser Prozess läuft inhomogen über das Probenvolumen ab und es bildet sich eine lamellare Gefügestruktur mit unterschiedlich langen Kornbändern aus. Neben der deutlichen Zunahme an Großwinkelkorngrenzen nimmt auch der mittlere Abstand der lamellaren Korngrenzen mit größer werdender Dehnung ab. Bei Erreichen einer Dehnung von  $\epsilon=5$  läuft der Zuwachs an neu gebildeten Großwinkelkorngrenzen sowie deren mittlerer Abstand langsam in einen Sättigungsbereich hinein (Abb. 2.2, unten). Dies ist mit einem Gleichgewicht zwischen Erzeugung und Auslöschung von Versetzungen (dynamische Erholung) zu erklären und die minimal mögliche Subkorngröße wird erreicht. In diesem Dehnungsbereich liegen neben den stark gestreckten Kornbändern auch Körner im submikrokristallinen Bereich vor, die jedoch nur einen geringen Anteil der Gefügestruktur ausmachen.

Bei sehr hohen Dehnungen ( $\epsilon > 6$ ) segmentieren die Lamellen zunehmend in kürzere Kornabschnitte, bis bei einer Dehnung von  $\epsilon=10$  ein nahezu homogenes Gefüge mit gleichachsigen Körnern im submikrokristallinen Bereich eingestellt wird. Häufig ist jedoch die lamellenartige Kornstruktur, die im mittleren Dehnungsbereich entsteht, sehr stabil und eine Kornfeinung durch Segmentierung senkrecht zur Streckungsrichtung erfolgt sehr langsam, sofern die Belastungsrichtung beibehalten wird. Eine Segmentierung kann dann nur durch die Ausbildung einer Subkornstruktur aus Kleinwinkelkorngrenzen stattfinden, deren Fehlorientierung mit zunehmender Dehnung größer wird und sie in Großwinkelkorngrenzen umwandeln.

Der genaue Mechanismus der Kornfeinung hängt von verschiedenen Parametern wie dem Material, dem Umformprozess sowie der Umformroute ab. Trotz Aufbringung extrem hoher Dehnung ( $\epsilon=10$ ) besitzen die meisten Gefüge noch eine leichte Kornstreckung von 3 und sind in Scherrichtung orientiert [Gho1998, Bow00]. Um eine nahezu gleichachsige Kornform einzustellen, ist eine Variation der Umformroute bei niedrigen Temperaturen notwendig und ermöglicht zudem das Erreichen von geringeren Korngrößen mit Großwinkelkorngrenzanteilen von 70–85 % [Pra01, Hum1999]. Die typischen Dehnungen zur Erzeugung von UFG-Gefügen über die SPD-Prozesse liegen zwischen 3 bis 6 [Son06]. Dabei entspricht die minimal erreichbare Korngröße der Größe einer Versetzungszelle, die für metallische Werkstoffe im Bereich von wenigen 100 nm liegt [Val06].

Die Kaltumformung von metallischen Werkstoffen ist prinzipiell mit einem begrenzten Umformvermögen des Werkstoffs verbunden, das eine rissfreie Umformung nur bis zu einer bestimmten Dehnung ermöglicht. Die SPD-Verfahren grenzen sich von konventionellen Umformverfahren ab, indem durch bestimmte Werkzeug- und Werkstückgeometrien hohe hydrostatische Drücke während der Umformung in den Werkstoff eingebracht werden und somit eine versagensfreie Umformung selbst bei hohen Dehnungen realisierbar wird [Zeh03]. Im Folgenden werden die bekanntesten SPD-Verfahren ECAP, HPT und ARB vorgestellt.

### 2.2.1 Equal-Channel Angular Pressing (ECAP)

Equal-Channel Angular Pressing (ECAP) zählt zu dem etabliertesten SPD-Verfahren und wurde erstmals von Segal vorgestellt [Seg1981]. Zunächst fand das Verfahren Einsatz für die Kaltverfestigung metallischer Werkstoffe, jedoch konnten durch die extrem hohen Umformgrade später auch Mikrostrukturen im sub- und nanokristallinen Bereich eingestellt werden. Das Verfahren ist Gegenstand langjähriger Forschung, da es die Herstellung von submikrokristallinen Materialien im großen Maßstab ermöglicht, ohne dabei den ursprünglichen Querschnitt des Werkstücks zu verändern [Seg1995, Kim00]. Das Prinzip der ECAP-Umformung beruht auf Einbringung einfacher Scherung in das Werkstück. Das Werkzeug besteht aus zwei Kanälen mit identischen Querschnitten, die über den Kanalwinkel  $\Phi$  ineinander übergehen und durch die das Werkstück mithilfe eines Stempels durchgepresst wird (Abb. 2.3, links). Im Übergangsbereich der beiden Kanäle kommt es zu einer Scherverformung in dem Werkstück, wodurch eine sehr hohe Dehnung in das Material eingebracht wird. Die erreichte effektive Dehnung  $\varepsilon$  ist abhängig von der Anzahl an Umformschritten  $N$ , der Größe des Kanalwinkels  $\Phi$  sowie des äußeren Übergangsradius  $\Psi$  und berechnet sich anhand von Gleichung 2.1 [Iwa1997]:

$$\varepsilon_N = N \cdot \frac{1}{\sqrt{3}} \left[ 2 \cot\left(\frac{\Psi}{2} + \frac{\Phi}{2}\right) + \Psi \operatorname{cosec}\left(\frac{\Psi}{2} + \frac{\Phi}{2}\right) \right] \quad \text{Gleichung 2.1}$$

In der Literatur wird typischerweise ein Übergangsradius von  $\Psi=0^\circ$  und ein Kanalwinkel von  $\Phi=90^\circ$  verwendet, sodass pro Umformschritt eine effektive Scherdehnung (Umformgrad) von  $\varepsilon=1,15$  erreicht wird. Anhand mehrerer aufeinanderfolgender Umformschritte kann somit in das Werkstück eine hohe effektive Umformung eingebracht werden, wobei die Route der Umformung einen entscheidenden Einfluss auf die entstehenden Eigenschaften des Materials besitzt [Seg1995, Iwa1996]. Durch Rotation des Werkstücks zwischen den einzelnen Umformschritten ergeben sich unterschiedliche Umformrouten, die als Route A, B<sub>A</sub>, B<sub>C</sub> und C bezeichnet werden (Abb. 2.3, rechts). Die verschiedenen Umformrouten führen zur Ausbildung unterschiedlicher Scherebenen, in denen die Schervorgänge während des ECAP ablaufen. In Route A wird das Werkstück ohne eine Rotation umgeformt und führt zu einer Scherverformung in zwei Ebenen, die senkrecht zueinander liegen. In Route B wird das Werkstück zwischen den Umformschritten um  $90^\circ$  rotiert, wobei sich Route B<sub>A</sub> und B<sub>C</sub> in der Richtung der Rotation unterscheiden. Hier laufen die Schervorgänge auf Ebenen ab, die in einem Winkel von  $120^\circ$  zueinander stehen. In Route C wird das Werkstück jeweils um  $180^\circ$  gedreht und führt zur wiederholten Scherung in nur einer Ebene [Skl05, Fur01]. In Abb. 2.3 sind die verschiedenen Routen und die daraus resultierenden Scherorientierungen im Überblick dargestellt. Experimentelle Untersuchungen zeigen, dass eine ECAP-Umformung nach Route B<sub>C</sub> die geringste Anzahl an Umformschritten  $N$  benötigt, um eine homogene UFG-Struktur im Material zu erzeugen [Iwa1998, Zhu00, Xu05].

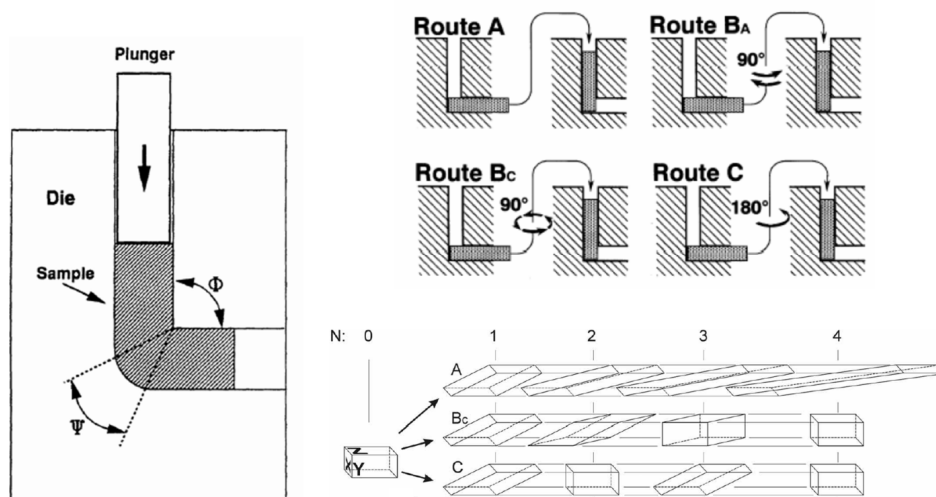


Abb. 2.3: Prinzip und Umformrouten des ECAP-Prozesses [Skl05]

Die Kornfeinung tritt während des ECAP verstärkt in den ersten Umformschritten mit einer effektiven Dehnung zwischen 2–3 auf. Mit zunehmender Dehnung und Anzahl an Umformschritten bleibt die Korngröße zunächst konstant und die mikrostrukturelle Entwicklung ist dominiert von dem zunehmenden Anteil an Großwinkelkorn Grenzen (GWKG) [Bow00, Xu05]. Die endgültige Korngröße des globularen UFG-Gefüges entspricht letztendlich der Größe der Versetzungszellen bzw. der Subkornstruktur, die innerhalb der ersten beiden Umformschritte eingestellt wurde. Am Beispiel des häufig untersuchten 99,99 %-reinen Aluminiums kann nach einem Umformschritt die Ausgangskorngröße von 1 mm auf eine mittlere Korngröße von  $4\,\mu\text{m}$  reduziert werden. Demnach erzielt der erste Umformschritt des ECAP-Prozesses eine Reduzierung der Korngröße um drei Größenordnungen. Die Mikrostruktur besteht dabei aus stark gestreckten Körnern, so genannten Deformationsbändern, die parallel zur Scherebene orientiert sind und eine ausgeprägte Subkornstruktur in Form von Kleinwinkelkorn Grenzen (KWKG) aufweisen [IWA1997, Skl05]. Mit zunehmender Anzahl an Umformschritten gehen die KWKG in den Bändern in GWKG über, wodurch eine Kornsegmentierung stattfindet. Nach zehn Umformschritten wird ein globulares Gefüge mit einer Korngröße von  $1\,\mu\text{m}$  erreicht. Die Untersuchungen zu unterschiedlichen Prozessrouten am Beispiel des 99,99 %-reinen Aluminiums zeigen, dass durch Route C bei gleicher Anzahl an Umformschritten schneller ein höherer Anteil an GWKG erzielt wird als durch Route A. Zudem bewirkt die Drehung der Probe um  $180^\circ$  bei Route C, dass die gestreckten Körner bereits nach geringerer Anzahl an Umformschritten segmentieren und eine gleichachsige Form besitzen als bei Route A. Beide Routen führen nach zehn Umformschritten zu einer vergleichbaren homogenen Mikrostruktur mit gleichachsigen Körnern [Iwa1997, Skl05]. Shin et al. zeigten die Gefügeentwicklungen eines kohlenstoffarmen Stahls durch die ECAP-Umformung nach Route C bei erhöhter Temperatur [Shi01]. Nach dem ersten Umformschritt liegen die Körner auch in diesem Fall stark gestreckt vor und besitzen eine Orientierung entlang der Scherebene. Mit zunehmender Anzahl an Umformschritten segmentieren die Körner in eher gleichachsige Formen und es wird nach vier Umformschritten ein UFG-Gefüge mit einer mittleren Korngröße von  $0,3\,\mu\text{m}$  erreicht [Shi01].



Nach einer ECAP-Umformung besitzen die Werkstoffe eine klassische Schertextur, wenngleich die einzelnen Scherkomponenten gegenüber den theoretischen Lagen aus der Literatur um eine geringfügige Rotation abweichen. Diese Abweichung wird nach Gholinia et al. und Li et al. durch die Kaltverfestigung des Materials im Prozess hervorgerufen [Gho02, Li05, Bey09]. Im Vergleich zu Texturen anderer Scherverformungen wie beispielsweise Torsion zeigen die ECAP-Texturen ebenfalls Unterschiede auf [Li05]. Durch die Torsionsbewegung beim High Pressure Torsion (HPT) wird die Scherung gleichmäßig und homogen über die Probe eingebracht, im Unterschied dazu wird die Scherung bei der ECAP-Umformung sequentiell eingebracht [Gaz06]. Im Vergleich zu Walztexturen besitzen die ECAP-Texturen geringere Intensitäten, da die Werkstücke zwischen den einzelnen ECAP-Umschritten rotiert werden und daher keine primäre Texturausrichtung vorliegt wie es z. B. bei einer definierten Walzrichtung der Fall ist [Gaz06]. Desweiteren besitzt die Umformroute einen Einfluss auf die Texturentwicklung [Mes05]. Gibbs et al. zeigten an krz Eisen, dass Route C eine schwache Schertextur mit Erhalt der anfänglichen Textur erzeugte, wohingegen Route A eher zu einer Ziehtextur führte [Gib1998].

Für viele der Forschungsschwerpunkte des ECAP-Prozesses werden reine Metalle mit geringer Festigkeit und hoher Duktilität verwendet, um bei Raumtemperatur eine hohe Anzahl an Umschritten und geringen Prozesskräften zu erreichen. In aktuellen Untersuchungen finden jedoch immer häufiger höherfeste Aluminium- und Eisenlegierungen Einsatz, die in der kommerziellen Anwendung als Konstruktionswerkstoffe verwendet werden [Fig07]. Die Herausforderung in der Umformung höherfester Werkstoffe liegt in der geringen Umformbarkeit bzw. in der reduzierten Duktilität. Lösungsansätze sind ein größerer Kanalwinkel oder eine erhöhte Umformtemperatur, die zwar eine rissfreie Umformung ermöglichen, allerdings die Entstehung eines größeren Gefüges zur Folge haben. Ein weiterer Ansatz für die rissfreie ECAP-Umformung ist der Einsatz eines Gegendrucks im Ausgangskanal, wodurch selbst sprödere Werkstoffe erfolgreich umgeformt werden konnten [Fig07]. Die Aufbringung eines Gegendrucks verhindert bzw. reduziert zudem die Ausbildung des sogenannten Corner Gaps, durch den es zu keiner vollständigen Formfüllung des Werkzeugs in der Scherebene kommt (Abb. 2.4). Dies hat zur Folge, dass eine inhomogene Scherverformung in das Material eingebracht wird und das entstehende Gefüge sowie die mechanischen Eigenschaften nicht homogen über den Probenquerschnitt vorliegen [Kim00, Fri11].

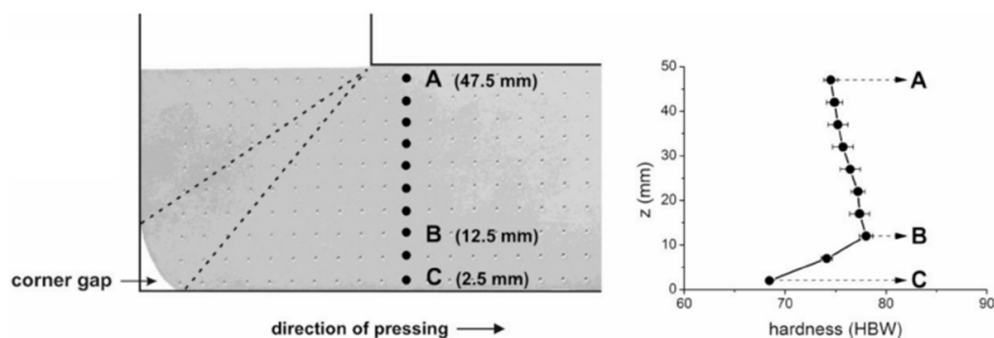


Abb. 2.4: Härtemessung über den Querschnitt einer Aluminium 6060 ECAP-Probe mit ausgebildetem Corner Gap [Fri11]

Wie stark sich ein Corner Gap ausbildet, hängt sowohl von der Pressgeschwindigkeit, aber vor allem auch von dem Verfestigungsvermögen des Werkstoffs ab. Je stärker das Verfestigungsvermögen ist, desto ausgeprägter bildet sich der Corner Gap aus und desto inhomogener sind die Eigenschaften der ECAP-Probe [Kim00, Xu05]. Um den ECAP-Prozess als etabliertes SPD-Verfahren an den industriellen Maßstab anzunähern, wird zunehmend an kontinuierlichen Fertigungsverfahren gearbeitet [Seg04].

### 2.2.2 High Pressure Torsion (HPT)

Das Prinzip des High Pressure Torsion (HPT) beruht auf der Aufbringung hoher hydrostatischer Druckspannungen in Kombination mit einer Torsionsbewegung auf eine dünne, scheibenförmige Probe. Die Probe wird hierfür zwischen zwei Stempeln positioniert, von denen der obere Stempel den Druck aufbringt und der untere Stempel durch eine Rotationsbewegung die Probe unter Scherung dehnt [Val00, Vor04, Wet04, Cao10,]. Es wird dabei zwischen den Umformvarianten unconstrained und constrained unterschieden (Abb. 2.5). Bei der unconstrained-Variante kann sich die Probe seitlich ungehindert verformen und bildet zwischen den beiden Stempeln durch den radialen Materialfluss einen Grat aus. Das Material erfährt dabei lediglich durch die Reibung zwischen Probe und Stempeloberfläche eine Art Gegendruck. Bei der constrained-Variante dagegen wird die Probe für die Umformung in die Kavität des unteren Stempels positioniert, sodass das Material radial nicht fließen kann und unter einem Gegendruck umgeformt wird [Zhi07].

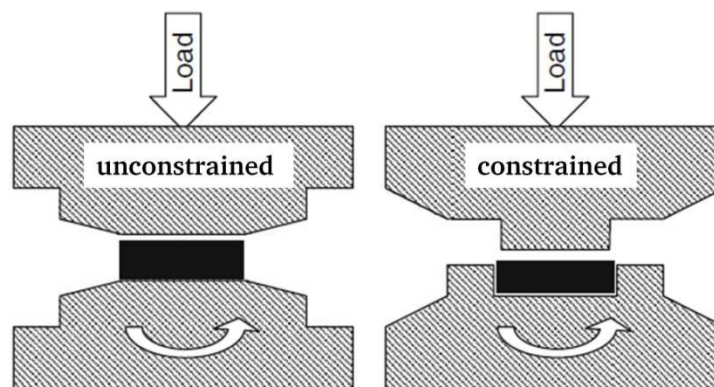


Abb. 2.5: Prinzip der HPT-Prozesse: unconstrained (links) und constrained (rechts) [Zhi07]

Durch die Kombination der hydrostatischen Druckspannungen und der Torsionsbewegung wird in der Ebene parallel zur Probenoberfläche eine Scherdehnung  $\gamma$  eingebracht (Abb. 2.6).

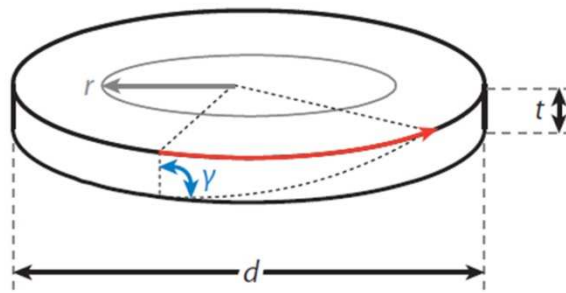


Abb. 2.6: Schematische Darstellung der eingebrachten Scherdehnung  $\gamma$  beim HPT in der Ebene parallel zur Probenoberfläche [Pip10]

Vergleiche des HPT-Prozesses mit dem ECAP-Prozess ergeben, dass durch die HPT-Umformung in gleichen Materialien feinere Gefügeabmessungen und höhere Anteile an Großwinkelkorngrenzen erzielt werden können als durch die ECAP-Umformung [Zhi07, Iva05]. Darüber hinaus zeigten Stolyarov et al., dass eine nachträgliche HPT-Umformung von ECAP-Proben aus Titan mit einer Korngröße von 300 nm zu einer weiteren Kornfeinung des UFG-Gefüges auf 200 nm führte [Sto1999]. Die durch die HPT-Umformung eingebrachte Scherdehnung  $\gamma$  bzw. der erreichte Umformgrad  $\phi$  hängen von der Anzahl der Umdrehungen  $n$ , der Probendicke  $t$  und dem Radius  $r$  ab und berechnen sich anhand von Gleichung 2.2 [Val00, Vor04, Iva05, Zhi07]:

$$\gamma = \frac{2\pi r}{t} \cdot n \qquad \phi = \ln\left(\frac{r}{t} n\right) \qquad \text{Gleichung 2.2}$$

Mit zunehmendem Abstand zur Probenmitte, d. h. mit zunehmendem Radius, nimmt die eingebrachte Scherdehnung  $\gamma$  zu und es stellt sich ein Dehnungsgradient ausgehend von der Probenmitte zum Probenrand ein. Verbunden mit dem Dehnungsgradient ist auch ein Gradient im Gefüge. Durch die lokal höchste Umformung im Randbereich der Probe beginnt dort die Kornfeinung des Werkstoffs, demgegenüber bleibt in der Probenmitte die Korngröße des Ausgangszustands zunächst nahezu erhalten. Untersuchungen an kfz Materialien wie Aluminium und Nickel führten zu dem Ergebnis, dass sich neben der Korngröße auch die Kornform zwischen Probenrand und –mitte unterscheidet [Zhi07]. Nach fünf Umdrehungen unter einem hydrostatischen Druck von 3 GPa besaß die Mikrostruktur von Nickel im Randbereich der HPT-Probe gleichachsige Körner mit einer mittleren Korngröße von  $0,2 \mu\text{m}$ , wohingegen die Körner in der Probenmitte gestreckt vorlagen und eine Korndimension von  $0,2 \times 0,7 \mu\text{m}^2$  besaßen. Mit zunehmender Anzahl an Umdrehungen segmentierten die lamellaren Körner der Probenmitte und sowohl die Kornform als auch die Korngröße zwischen Probenmitte und Probenrand näherten sich an, wodurch der radiale Gefügegradient abflachte [Zhi07].

Die HPT-Umformung von krz Armco Eisen mit fünf Umdrehungen führte ebenfalls zu einem radialen Gefügegradienten [Iva05]. Im Probenrandbereich lag durch die Um-



formung ein homogenes, gleichachsiges UFG-Gefüge mit einer mittleren Korngröße von  $0,14\text{ }\mu\text{m}$  vor, im Gegensatz dazu wies das Gefüge in der Probenmitte eine inhomogene Verteilung auf. Neben Körnern des Ausgangszustands lagen abgescherte, elongierte Körner vor, aber auch gleichachsige und bereits stark segmentierte Kornstrukturen waren erkennbar. Die Korngröße reichte in diesem Probenbereich von  $0,32\text{ }\mu\text{m}$  bis  $2\text{ }\mu\text{m}$  und zeigte deutlich die zu Beginn der Umformung unterschiedlich stark ausgeprägten Deformationsprozesse innerhalb der HPT-Probe [Iva05].

Trotz berechneter Zunahme des Umformgrads und der Scherdehnung mit zunehmender Anzahl  $n$  an Umdrehungen nimmt im Allgemeinen die Korngröße im Probenrandbereich nicht weiter ab und es können annähernd homogene Gefüge innerhalb von HPT-Proben eingestellt werden [Zhi05, Vor04, Hoh10a]. Zhilyaev et al. und Pippan et al. beobachteten diesen Effekt in HPT-umgeformtem Aluminium bzw. Nickel und nehmen als mögliche Erklärung dynamische Erholungsvorgänge besonders im Randbereich der Probe an [Zhi05, Zhi07, Pip10].

Verbunden mit dem anfänglichen radialen Gefügegradienten ist auch ein Gradient in der Härte. Der Probenrand besitzt mit den feinsten Kornabmessungen die höchste Härte, die Richtung Probenmitte kontinuierlich abnimmt (Abb. 2.7). Mit zunehmender Anzahl an Umdrehungen lässt sich ähnlich wie im Gefüge eine nahezu homogene Härte in den HPT-Proben einstellen [Vor04, Tod07, Zhi07].

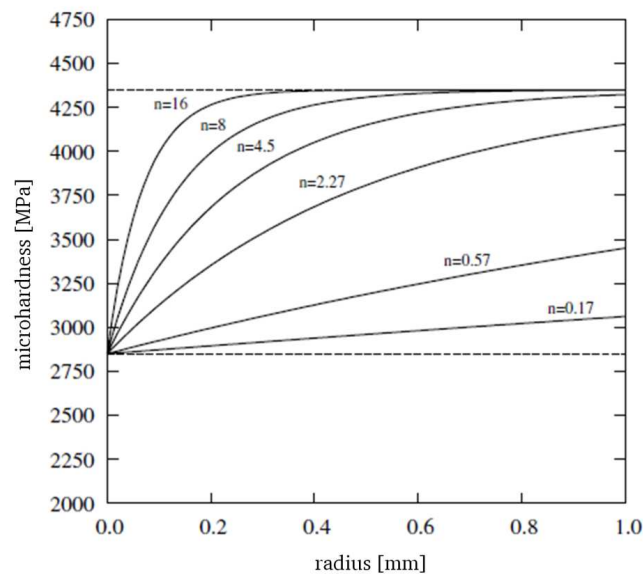


Abb. 2.7: Berechnete Härten als Funktion des Radius einer HPT-Probe aus austenitischem Stahl nach unterschiedlichen Umdrehungen [Vor04]

Die Texturentwicklung in HPT-Proben wurde bislang nur wenig untersucht und die Erkenntnisse basieren größtenteils auf Untersuchungen an kfz Metallen [Orl09]. Aluminium ist dabei das am häufigsten untersuchte Metall und weist nach einer HPT-Umformung eine klassische Schertextur auf [Orl09, Zhi07], wobei sich die Textur mit zunehmender Anzahl an Umdrehungen verändert. Nach einer Umdrehung ( $n=1$ ) besitzt die Schertextur hohe Intensitäten in den A-Scherlagen  $\{111\}\langle 110 \rangle$  und  $\{111\}\langle 112 \rangle$ . Bereits nach zwei Umdrehungen  $n=2$  werden die Intensitäten der A-

Scherlagen schwächer und die gedrehte Würfellage (C-Lage)  $\{001\}\langle 110 \rangle$  erlangt die dominierende Intensität in der Schertextur. Steigt die Dehnung weiter an auf  $\epsilon=8$ , wird eine insgesamt eher schwache Textur gemessen [Orl09]. Darüber hinaus untersuchten Zhilyaev et al. die Textur in radialer Probenrichtung. Die Polfiguren zeigten dabei lokal Unterschiede in der Texturschärfe, wobei die Probenmitte eine deutlich schärfere Textur aufwies als der Probenrand [Zhi07].

Untersuchungen zu der Textur in HPT-Proben aus krz  $\text{Ni}_{50}\text{Mn}_{29}\text{Ga}_{21}$  von Chulist et al. zeigten Intensitätslagen einer Schertextur mit einer scharfen gedrehten Würfellage  $\{001\}\langle 110 \rangle$  und einer schwachen F-Lage  $\{110\}\langle 001 \rangle$ , wobei beide Lagen geringfügig um den Winkel  $\varphi_1$  von den Ideallagen abweichen [Chu10]. Weitere Ergebnisse an krz Wolfram lieferten Alexandronov et al., in denen nach einer Anzahl  $n$  von 5 Umdrehungen Orientierungen der E-Lagen  $\{110\}\langle 111 \rangle$  auftraten [Ale03, Kil04].

### 2.2.3 Accumulative Roll-Bonding (ARB)

Accumulative Roll-Bonding ist das einzige SPD-Verfahren, das die Erzeugung von UFG-Gefügen in Bulkmaterial durch eine Walzumformung erreicht und wurde erstmals von Saito et al. vorgestellt [Sai1999]. Zu Beginn werden zwei Bleche aufeinander gelegt, deren Oberflächen vor der Umformung vorbehandelt bzw. aufgeraut werden, um eine bessere Haftung zu erreichen. Die beiden Bleche werden anschließend durch ein Rollensystem konventionell walzplattiert und die Anfangsblechdicke  $t_i$  um 50 % reduziert (Abb. 2.8). Im nächsten Schritt wird das Blech in der Länge halbiert, sodass die beiden Hälften als Halbzeuge für den wiederholten Umformschritt dienen [Sai1999, Tsu1999, Val06].

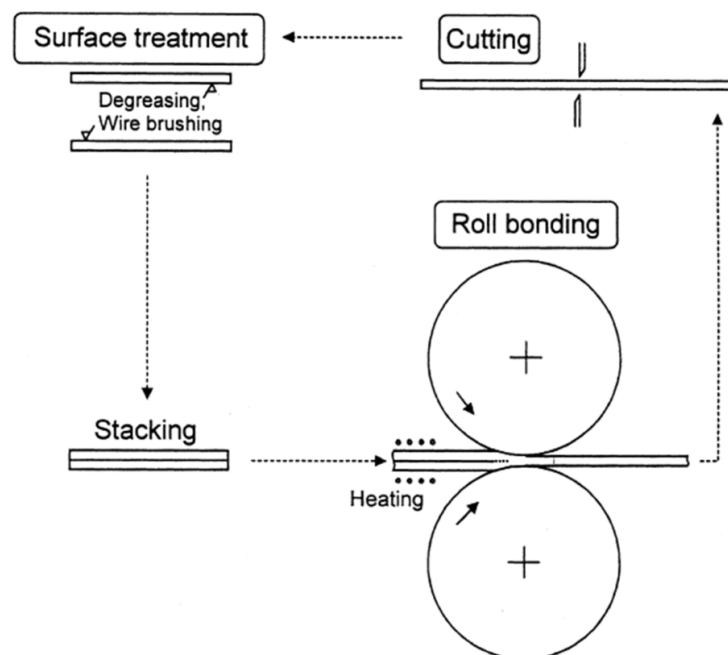


Abb. 2.8: Prinzip des Accumulative Roll-Bonding Prozesses [Sai1999]

---

Die Umformung erfolgt bei erhöhter Temperatur, wodurch die Duktilität und die Haftfestigkeit verbessert und die Walzkkräfte reduziert werden. Die Temperatur darf jedoch die Rekristallisationstemperatur nicht überschreiten, da dies zu einem Abbau der eingebrachten Versetzungsdichte führen würde. Die eingebrachte Dehnung zur Erzeugung der UFG-Gefüge ist abhängig von der Anzahl an Umformschritten  $n_{ARB}$  und der Blechdickenabnahme pro Umformschritt. Um die anfängliche Blechdicke konstant zu halten, wird im Allgemeinen eine Blechdickenabnahme von 50 % pro Umformschritt eingestellt, sodass sich die eingebrachte Dehnung  $\varepsilon$  in Abhängigkeit der Anzahl an Umformschritten  $n$  wie folgt berechnet (Gleichung 2.3) [Sai1999, Tsu1999, Val06]:

$$\varepsilon = \frac{2}{\sqrt{3}} \ln \left( \frac{t_i}{2t_f} \right) \cdot n_{ARB} = 0,8 \cdot n_{ARB} \quad \text{Gleichung 2.3}$$

Die erzeugten UFG-Strukturen in ARB-Proben besitzen keine globulare Kornform, sondern eine pancakeartige Kornform mit einer maximalen Kornstreckung in Quer- bzw. Walzrichtung und sind somit zu den Gefügen gleichartig, die durch klassische Walzprozesse erzeugt werden. Demnach können UFG-Gefüge nicht ausschließlich über eine SPD-Scherumformung wie ECAP oder HPT erzeugt werden, sondern auch über andere plastische Verformungsverfahren wie z. B. das Walzen [Tsu03, Val06]. Vergleiche der Mikrostruktur an 99 %-reinem Aluminium nach dem ARB und dem klassischen Kaltwalzen zeigten, dass bei gleicher eingebrachter Dehnung lediglich ARB zu einem UFG-Gefüge führte [Hua03]. Untersuchungen von Huang et al. und Kamikawa et al. führten zu der Erkenntnis, dass der beim Walzen eingebrachte Anteil an Scherung durch die Reibung zwischen Probenoberfläche und Walze einen erheblichen Einfluss auf die Ausbildung des UFG-Gefüges besitzt [Hua03, Kam07]. Die klassischen Walzprozesse erfolgen meist unter Einsatz von Schmiermitteln, wohingegen ARB im ungeschmierten Zustand durchgeführt wird und dadurch ein wesentlich höherer Anteil an Scherdehnung in die Probe eingebracht wird [Lee02]. Die Verteilung der eingebrachten Scherdehnung ist dabei über die Probendicke nicht homogen, da die Bleche zwischen den Umformschritten halbiert und wieder übereinander gelegt werden. So besitzt eine Probe nach beispielsweise vier ARB-Schritten an der Oberfläche sowie den bereits walzplattierten, ehemaligen Oberflächen die höchsten Scherdehnungen (Abb. 2.9).

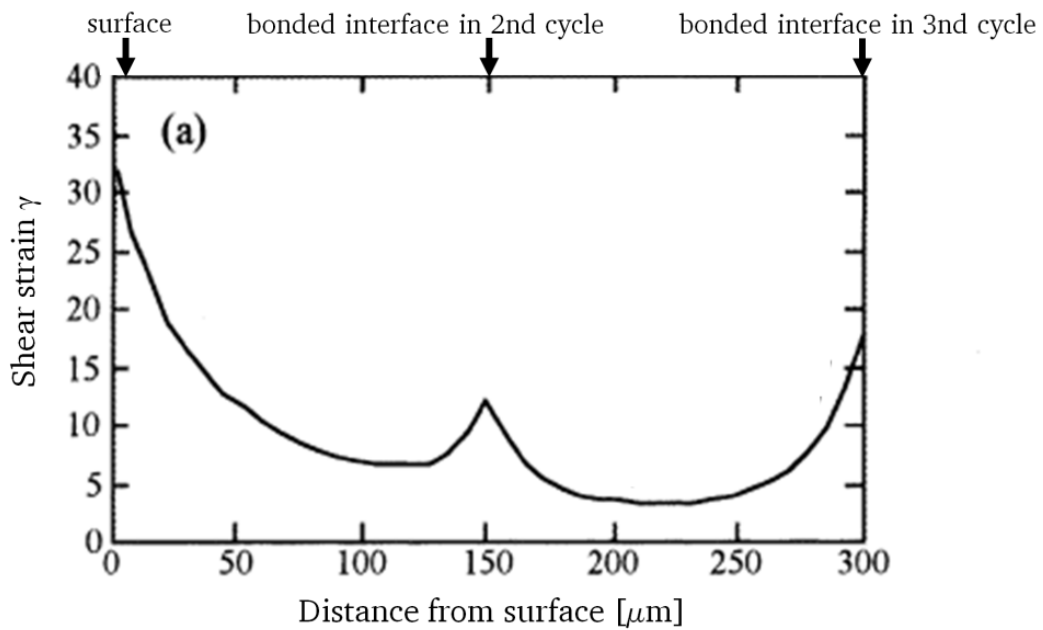


Abb. 2.9: Verteilung der Scherdehnung in einer ARB-Probe nach vier Umformschritten

In diesen drei Bereichen der höchsten Scherdehnung wurden auch die geringsten Korngrößen gemessen, wodurch der direkte Zusammenhang zwischen notwendiger Scherdehnung für die Entstehung von UFG-Gefüge aufgezeigt wird [Lee02]. Tsuji et al. konnten durch den ARB-Prozess mit fünf Umformschritten und einer Umformtemperatur von 500 °C erfolgreich UFG-Gefüge in Aluminiumlegierungen und auch in IF-Stahl erzeugen, die Korngrößen von nur wenigen hundert Nanometern besaßen [Tsu1999].

#### 2.2.4 Surface Severe Plastic Deformation ( $S^2PD$ )

Ultrafeinkörnige Gefüge sind charakterisiert durch ihre außergewöhnlichen mechanischen und physikalischen Eigenschaften in Form von hoher Festigkeit, erhöhter Ermüdungsfestigkeit und verbesserten Korrosionseigenschaften. Da in den meisten Fällen ein Materialversagen (Ermüdungsrisse, Verschleiß oder Korrosion) von der Oberfläche eines Bauteils ausgeht, ist die Erzeugung einer ultrafeinkörnigen Oberflächenschicht in einem grobkörnigen Material ein geeigneter Ansatz, die globalen Eigenschaften eines Bauteils für die spezielle Anwendung einzustellen bzw. zu optimieren [Lu09]. Konventionelle Methoden zur Erzeugung einer UFG-Oberflächenschicht basieren auf Abscheidungstechnologien wie beispielsweise PVD, CVD, Sputtern oder elektrolytische Abscheidung [Lu04]. Ein alternativer Ansatz, ohne die chemische Zusammensetzung des Werkstoffs zu beeinflussen, ist die Kornfeinung der Oberfläche durch SPD-Prozesse, die als Surface-SPD-Prozesse ( $S^2PD$ ) bezeichnet werden. Das Prinzip der Kornfeinung entspricht der von Bulkmaterialien beim ECAP, HPT und ARB und es können nanostrukturierte Oberflächenschichten bis zu einer

Dicke von  $50\text{ }\mu\text{m}$  erzeugt werden [Lu09]. Die Methoden der S<sup>2</sup>PD-Prozesse werden unter dem Begriff Surface Mechanical Attrition Treatment (SMAT) zusammengefasst, bei denen die oberflächige plastische Deformation durch verschiedene Arten eingebracht werden kann. Die am häufigsten eingesetzte Methode lehnt an das Prinzip des Kugelstrahlens an und beruht auf dem Aufprall von Kugeln mit hoher Geschwindigkeit auf die Probenoberfläche (Abb. 2.10).

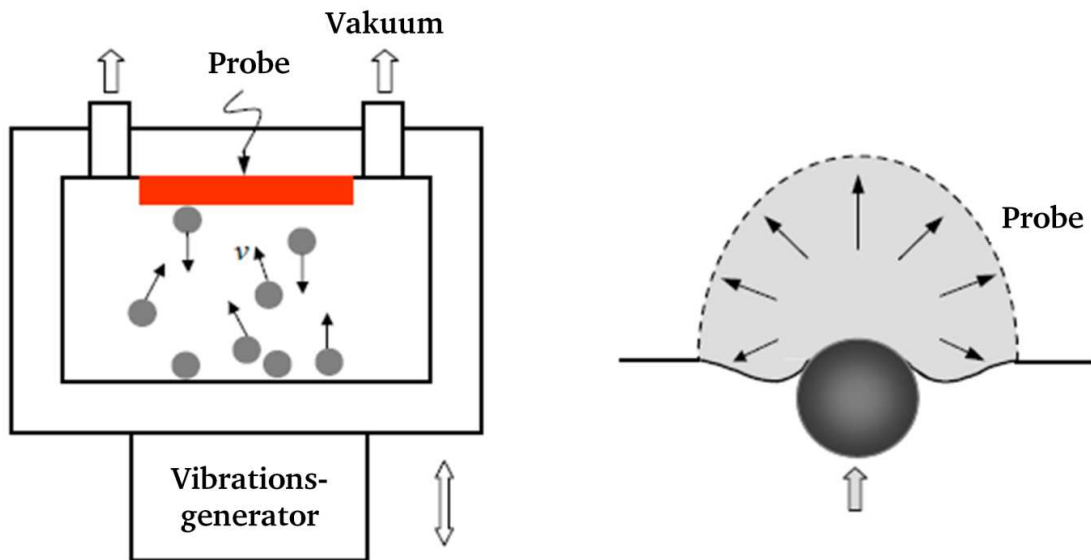


Abb. 2.10: Schematische Darstellung des SMAT Prinzips (links) und plastische Deformation in der Probenoberfläche durch eine aufprallende Kugel (rechts) [Tao02, Lu04]

Durch den Kugeldurchmesser und die Aufprallgeschwindigkeit kann die kinetische Energie der Kugeln und somit auch der Grad an plastischer Verformung in der Probenoberfläche variiert werden. Im Vergleich zum Kugelstrahlen werden bei den SMAT-Prozessen meist größere Kugeln bei längeren Behandlungsdauern eingesetzt und höhere kinetische Energien erreicht [Lu04, Dai07]. Das Deformationsfeld, das sich durch die auftreffenden Kugeln in der Probe ausbildet, wird durch ein Modell basierend auf der Hertz'schen Theorie eines elastischen Kontakts beschrieben. Einer der wichtigsten Parameter zur Beschreibung des Deformationsfeldes ist die Höhe  $h$  der plastischen Zone, die abhängig ist von dem Kugelradius  $R$ , der Geschwindigkeit und der Anzahl an Kugeln und gibt den Bereich an, in dem die Kaltverfestigung bzw. Kornfeinung stattgefunden hat. Tsao und Lu et al. quantifizierten an einer SMAT Eisenprobe anhand von XRD und TEM Messungen die Mikrodehnungen und Korngrößen im oberflächennahen Bereich und zeigten, dass durch den SMAT-Prozess ein Dehnungsgradient in die Probenoberfläche eingebracht wurde, der in einem Gradient in der Korngröße sowie in der Härte resultierte (Abb. 2.11)[Lu04].

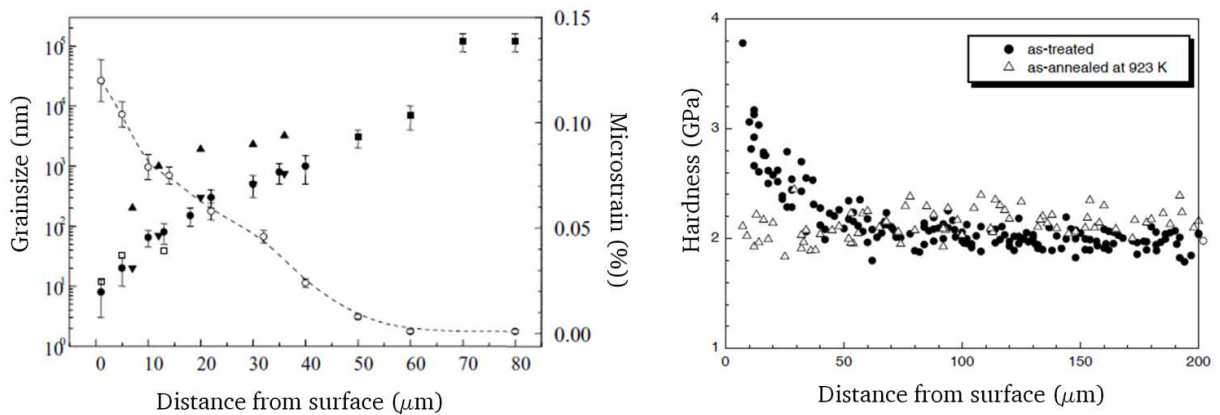


Abb. 2.11: Korngröße, Dehnung und Härte in Abhängigkeit des Abstands zur Probenoberfläche einer SMAT Probe aus reinem Eisen [Tao02, Lu04]

Die ultrafeinkörnige Schicht besaß eine Dicke von ca. 50  $\mu\text{m}$  und wurde erst nach einer Behandlungsdauer von 3 h erreicht. Eine genauere Betrachtung der feinkörnigen Oberflächenschicht zeigte, dass das Gefüge im nanostrukturierten Bereich lediglich bis in eine Tiefe von ca. 15  $\mu\text{m}$  reichte und dann bereits in ein Gefüge im Submikrometerbereich überging. Die Kaltverfestigung durch die plastische Umformung erreichte allerdings eine Tiefe von ca. 100  $\mu\text{m}$ .

Je nach eingesetzter Kugelgröße, Härte und Verfestigungsvermögen der Probe wird die Oberflächenrauigkeit einer Probe durch SMAT erhöht [Lu09]. Dai et al. bildeten einen SMAT-Versuch einer Nickelbasis-Legierung anhand eines Simulationsmodells ab und erhielten im Höhenprofil der Oberfläche eine maximale Differenz von 70  $\mu\text{m}$  [Dai07]. Eventuell benötigte Nachbehandlungsschritte zur Einglättung der Oberflächenrauigkeit würden daher ggf. einen Abtrag der dünnen nanostrukturierten Schicht von wenigen  $\mu\text{m}$  nach sich ziehen. Im Vergleich zu Eisen konnte eine SMAT Oberflächenbehandlung der Aluminiumlegierung 7075 eine feinkörnige Schicht im Submikrometerbereich bis in eine Tiefe von ca. 60  $\mu\text{m}$  erzeugen, wobei die Dicke der Nanoschicht ca. 20  $\mu\text{m}$  betrug [Wu02].

Die SMAT-Prozesse bieten gegenüber den Beschichtungsverfahren den Vorteil, dass sie ohne Beeinflussung der chemischen Zusammensetzung eine oberflächennahe Kornfeinung durch Methoden erzielen, die im Einsatz sehr flexibel sind und auch Bauteile mit komplexer Geometrie bearbeitet werden können [Lu09]. Nachteilig sind die recht langen Bearbeitungsdauern von mehreren Stunden und die Einschränkung auf eine nicht kontinuierliche Fertigung. Neben den SMAT Verfahren zählen noch das Large strain machining [Sha05] und das Gradierungswalzen [Neu11] zu den S<sup>2</sup>PD Verfahren, die jedoch ebenfalls auf eine Fertigungscharge in der Produktion limitiert sind.

## 2.3 Eigenschaften von UFG-Gefügen

Bedingt durch ihre extrem kleinen Korngrößen besitzen ultrafeinkörnige Werkstoffe im Vergleich zu grobkörnigen Werkstoffen außergewöhnliche Eigenschaften, die sie für verschiedene strukturelle und funktionelle Anwendungen attraktiv machen [Val00, Wan09]. Zu diesen Eigenschaften zählen u. a. eine hohe Härte und Festigkeit [Val02, Tsu09a], eine hohe Verschleiß- und Korrosionsbeständigkeit [Hua11, Hoc08], eine verbesserte Ermüdungsfestigkeit [Mug04] und eine erhöhte Diffusivität aufgrund des hohen Korngrenzanteils [Wan1997, Sau12]. Eine weitere positive Eigenschaft gegenüber den grobkörnigen Werkstoffen ist die bei höheren Dehnraten und niedrigen Temperaturen auftretende Superplastizität [Val1997, Son06]. Untersuchungen zu den elastischen Eigenschaften zeigten, dass durch die Kornfeinung ebenfalls Einfluss auf den Elastizitätsmodul genommen werden kann [Val01, Liu03].

Aufgrund der komplexen Struktur von Materialien, die über SPD-Prozesse hergestellt werden, können diese auch multifunktionale Eigenschaften besitzen und somit in neueren Forschungsgebieten Anwendung finden. Beispielsweise erzielt die Kornfeinung von Titanlegierungen im Bereich der Medizintechnik eine Festigkeitssteigerung, durch die die Implantatgröße reduziert werden kann. Zudem steigt durch den höheren Anteil an Korngrenzen die biologische Reaktivität und teure bzw. toxische Legierungselemente können eingespart werden [Val12].

Im Folgenden wird auf die mechanischen Eigenschaften der UFG-Werkstoffe näher eingegangen, da diese für die meisten technischen Anwendungen von großer Bedeutung sind.

### 2.3.1 Statische Festigkeit und Hall-Petch-Beziehung

Die Korngröße besitzt einen entscheidenden Einfluss auf die Festigkeit eines Werkstoffes, weshalb UFG-Gefüge im Vergleich zu grobkörnigen Gefügen extrem hohe Streckgrenzen aufweisen. Die Abhängigkeit der Streckgrenze von der Korngröße wird für Metalle mit Gefügen im konventionellen Korngrößenbereich ( $\mu\text{m}$  und größer) über die sogenannte Hall-Petch-Beziehung beschrieben [Hal1951, Pet1953] (Gleichung 2.4):

$$R_e = \sigma_0 + \frac{k'}{\sqrt{d}} \quad \text{Gleichung 2.4}$$

Demnach ist die Streckgrenze  $R_e$  eines Werkstoffs umso höher, je geringer die Korngröße  $d$  ist. Der Betrag  $\sigma_0$  beschreibt den Wert an Fließspannung, den ein Werkstoff in einem sehr grobkörnigen und untexturierten Zustand besitzt und der keine Anteile an Versetzungsbewegung beinhaltet. Die Konstante  $k'$  wird als Hall-Petch-Konstante bezeichnet und wurde für viele Werkstoffe experimentell ermittelt. Für einen krz kohlenstoffarmen Stahl betragen die Hall-Petch-Konstanten  $\sigma_0=70 \text{ MPa}$  und  $k'=0,74 \text{ MPa}\sqrt{m}$  [Got01].



Der Effekt, der hinter der Hall-Petch-Beziehung steckt, kann durch einen Aufstau von Versetzungen an den Korngrenzen erklärt werden und wird als pile-up Effekt bezeichnet. Wird eine äußere Belastung an einen Polykristall angelegt, werden günstig orientierte Gleitsysteme von Körnern aktiviert, die einen hohen Schmid-Faktor besitzen. Auf diesen Gleitsystemen werden Versetzungen generiert und bewegen sich entlang der Gleitebenen, bis sie auf Korngrenzen stoßen, die ein Hindernis für die Versetzungsbewegung darstellen. Durch nachlaufende Versetzungen kommt es im Bereich der Korngrenzen zu einem Aufstau von Versetzungen, durch den eine Rückspannung aufgebaut wird, die umso größer wird, je mehr Versetzungen aufgestaut werden. Erreicht die Rückspannung an der Korngrenze den Wert der kritischen Schubspannung des Nachbarkorns, können dort Gleitsysteme aktiviert und somit eine Versetzungsbewegung ausgelöst werden. Je geringer die Korngröße ist, desto geringer ist auch die freie Gleitlänge und somit die Anzahl von Versetzungen. Dadurch wird bei gleicher angelegter Spannung eine niedrigere Rückspannung an den Korngrenzen erzeugt und die Initiierung von Versetzungsbewegung im Nachbarkorn kann nicht stattfinden. Erst wenn in allen Körnern des Polykristalls eine Versetzungsbewegung und somit eine plastische Verformung erfolgt, ist die Streckgrenze erreicht [Got01].

Die Anwendung der Hall-Petch-Beziehung für hochgradig umgeformte Werkstoffe mit Korngrößen im UFG-Bereich ist in der Literatur umstritten. Hansen unterscheidet zwischen verschiedenen Arten von Korngrenzen, die unterschiedliche Beiträge zur Festigkeitssteigerung leisten. Neben den Großwinkelkorngrenzen wird ebenfalls ein Beitrag durch die verformungsinduzierte Subkornstruktur, bestehend aus Kleinwinkelkorngrenzen, betrachtet (Gleichung 2.5) [Han04]:

$$R_e = \sigma_0 + M\alpha G \sqrt{1,5bS_v\theta_{KWKG}} + \frac{k'}{\sqrt{d}} \quad \text{Gleichung 2.5}$$

Dabei sind  $S_v$  die Korngrenzdicke (Kleinwinkelkorngrenzen, KWKG),  $\theta$  die Fehlorientierung bzw. der Verkipfungswinkel der KWKG,  $b$  der Burgers Vektor,  $G$  der Schubmodul,  $M$  der Taylorfaktor und eine  $\alpha$  Konstante. Berechnungen und experimentelle Untersuchungen von Kamikawa et al. an nanostrukturiertem Aluminium ergaben, dass Kleinwinkelkorngrenzen mit einem Verkipfungswinkel von bereits 2–3° einen vergleichbaren Widerstand für die Versetzungsbewegung darstellen wie Großwinkelkorngrenzen. Demnach muss neben dem klassischen festigkeitssteigernden Beitrag durch geometrisch notwendige Großwinkelkorngrenzen auch ein Beitrag der verformungsinduzierten Subkornstruktur berücksichtigt werden, die die Versetzungszellengröße, die Versetzungsdichte innerhalb der Zellen und die Fehlorientierungswinkel der Kleinwinkelkorngrenzen beinhaltet [Kam09].



Trotz Erweiterung der Hall-Petch-Beziehung für hochgradig umgeformte Mikrostrukturen wurde bei verschiedenen Werkstoffen mit Korngrößen im UFG-Bereich ( $<1\ \mu\text{m}$ ) eine Abweichung in der Geraden  $k'$  der Hall-Petch-Beziehung festgestellt (Abb. 2.12)[Cho1989, Lu1993, Son1999].

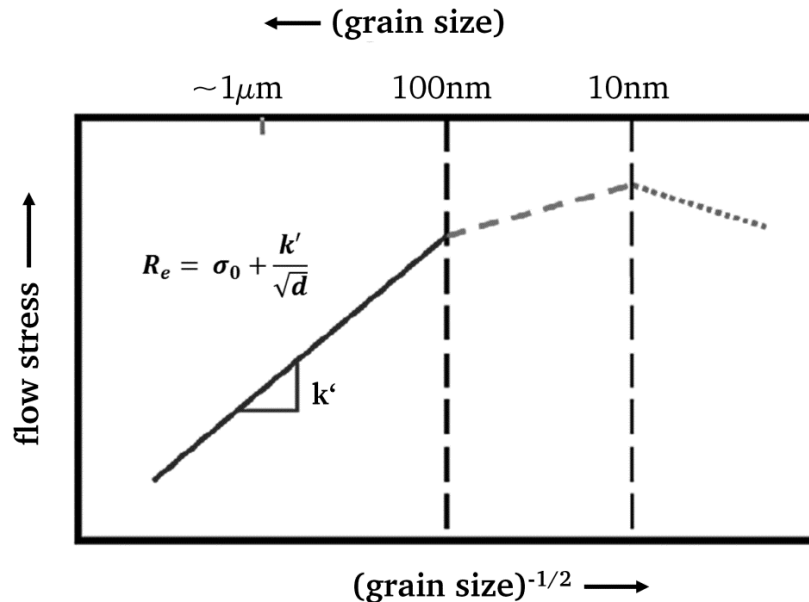


Abb. 2.12: Schematische Darstellung der Abhängigkeit der Fließspannung von der Korngröße [Kum03]

Choksi et al. beobachteten erstmals diesen Effekt an nanokristallinem Kupfer, bei dem ab einer Korngröße von 7–16 nm eine negative Steigung der Hall-Petch Geraden auftrat und somit die Festigkeit mit abnehmender Korngröße geringer wurde [Cho1989]. Untersuchungen an feinkörnigem Nickel zeigten eine Abweichung in der Hall-Petch-Beziehung bei Korngrößen zwischen 10–15 nm [Nie05], wohingegen Tsuji et al. für einen IF Stahl und eine Aluminiumlegierung eine gültige Hall-Petch-Beziehung fanden [Tsu02]. Es existieren verschiedene Ansätze für die geringere bzw. negative Hall-Petch-Steigung  $k'$ . Als mögliche Ursachen gelten die bei Raumtemperatur zusätzlich einsetzenden Umformmechanismen wie das Kriechen und das Korngrenzgleiten sowie das Auftreten von Korngrenzen im Nichtgleichgewichtszustand, die für die Versetzungsbewegung „transparent“ werden [Fur1996, Wan09]. Die pile-up Spannung, die an den Korngrenzen benötigt wird, um eine Versetzungsbewegung im Nachbarkorn zu induzieren, hängt nach Lu et al. von der Struktur und der Energie der Korngrenze ab [Lu1993]. Großwinkelkorngrenzen mit einem hohen Verkipfungswinkel besitzen im Vergleich zu Kleinwinkelkorngrenzen eine höhere intrinsische Energie, weshalb mehr Spannung aufgebracht werden muss, um eine Versetzungsbewegung zu initiieren. Durch die Reduzierung der Korngröße in den ultrafeinkörnigen Bereich steigt zwar die Korngrenzdicke an, jedoch besitzen die meisten Korngrenzen geringere Energien im Vergleich zu den Korngrenzen von grobkörnigen Gefügen und der Barrieregrad für die Versetzungsbewegungen nimmt ab. Dies resultiert in einer Versetzungsbewegung,

die über mehrere Körner ausgedehnt ablaufen kann und zu einer Abnahme in der Festigkeit führt (Abb. 2.13).

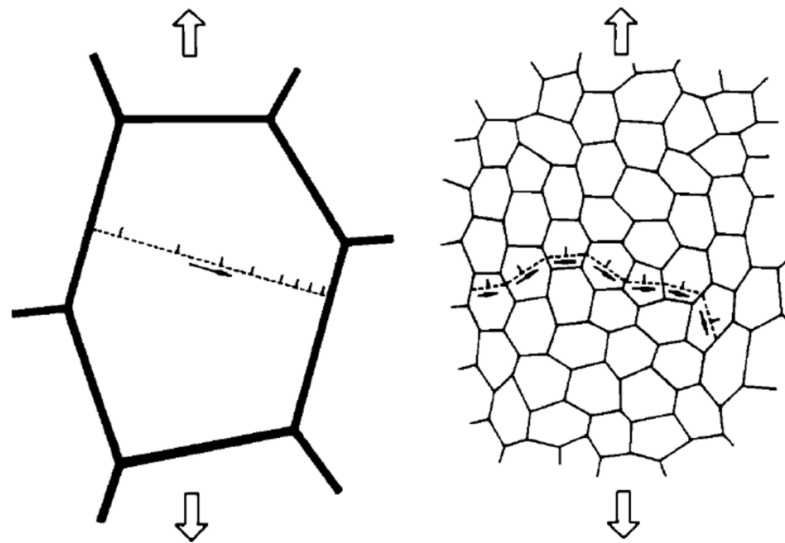


Abb. 2.13: Schematische Darstellung der festigkeitssteigernden Mechanismen in einem grobkörnigen Polykristall (links) und einem nanokristallinen Material (rechts). Links: pile-up Mechanismus innerhalb eines Korns. Rechts: Versetzungsbewegung erstreckt sich über mehrere Körner [Lu1993]

In diesem Zusammenhang zeigte das Modell von Song et al., dass für die Gültigkeit der Hall-Petch-Beziehung eine minimale Korngröße nötig ist, sodass sich eine ausreichende Anzahl an Versetzungen an den Korngrenzen aufstauen kann und eine Festigkeitssteigerung bewirkt. Die Berechnungen dieses pile-up Modells liefern eine Mindestanzahl an aufgestauten Versetzungen von  $n=20$  und damit verbunden eine minimale Korngröße von 79 nm, für die die Hall-Petch Beziehung noch gültig ist [Son06].

### 2.3.2 Duktilität

Die hohe Festigkeit bzw. Streckgrenze der ultrafeinkörnigen Gefüge ist typischerweise mit einem geringen Verfestigungsvermögen und einer sehr niedrigen Gleichmaßdehnung im Vergleich zu grobkörnigen Materialien verbunden. Am Beispiel einer Aluminiumlegierung und eines IF-Stahl ist der Einfluss der Korngröße auf die mechanischen Eigenschaften anhand von Zugversuchen gezeigt (Abb. 2.14) [Tsu02].

Unmittelbar nach Erreichen der Fließspannung zeigen die UFG-Werkstoffe zunächst einen sehr steilen, aber kurzen Anstieg in der Festigkeit. Dieser Anstieg ist darauf zurückzuführen, dass die plastische Verformung in den Körnern aufgrund ihrer unterschiedlichen Orientierungen schrittweise aktiviert wird und dadurch zunächst eine Verfestigung stattfindet [Ma03].

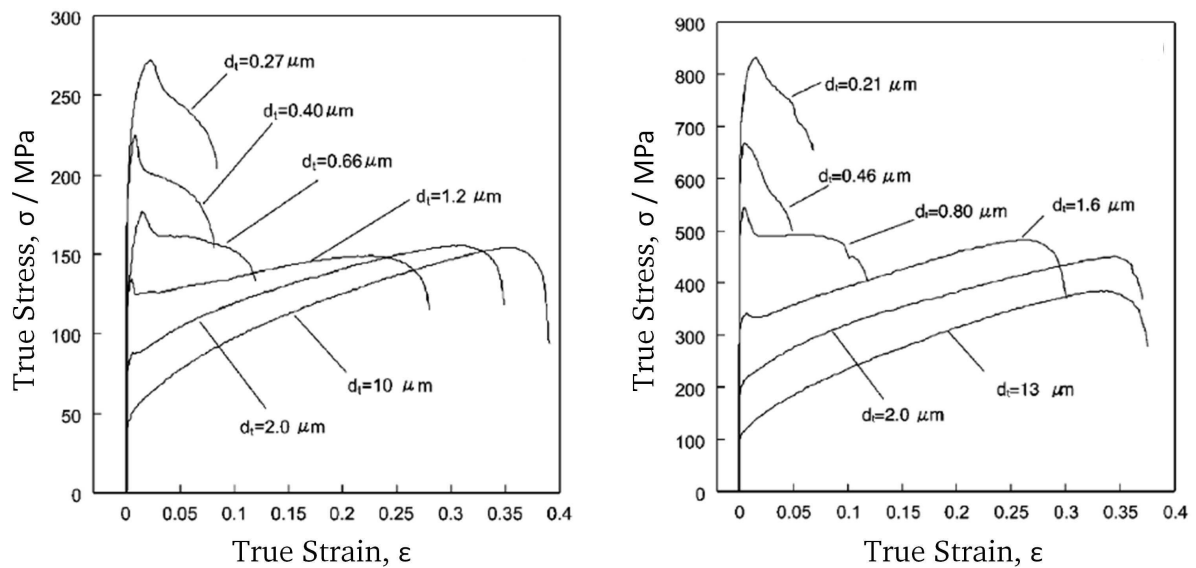


Abb. 2.14: Spannungs-Dehnungskurven einer 1100-Aluminiumlegierung (links) und eines IF-Stahls (rechts) mit verschiedenen Korngrößen [Tsu02]

Generell besitzen die UFG-Werkstoffe allerdings im Vergleich zu grobkörnigen Materialien ein sehr geringes Verfestigungsvermögen, das auf die sehr hohe Dichte an Versetzungen zurückzuführen ist, die durch die SPD-Prozesse in dem Werkstoff generiert wird. Bereits während der Entstehung der UFG-Gefüge laufen gekoppelt Generierung, Akkumulation und Umordnung von Versetzungen ab, deren Dichte bei ausreichend hohen Dehnungen in eine Sättigung läuft und sich die Mikrostruktur in einem Steady State befindet (Vergleich Kapitel 2.2). Bei einer nachträglichen Umformung laufen dynamische Erholungsprozesse ab, d. h. es existiert ein Gleichgewicht zwischen neu generierten und von den Korngrenzen absorbierten Versetzungen. Somit bleibt die Summe der Versetzungsdichte konstant und der Werkstoff kann keine zusätzliche Kaltverfestigung mehr aufnehmen [Ma03, Wan03, Mey06a].

Verbunden mit dem Verfestigungsvermögen ist auch die Dehnratenempfindlichkeit  $m$ , die ein Indikator dafür ist, inwieweit die Fließspannung auf eine veränderte Dehnrade reagiert. Für kfz Metalle wie Kupfer und Nickel wurde beobachtet, dass die Dehnratenempfindlichkeit der UFG-Werkstoffe im Vergleich zu den grobkörnigen Werkstoffen zunimmt. Dahingegen zeigen krz Metalle wie Eisen, Tantal und Vanadium eine Abnahme der Dehnratenempfindlichkeit mit abnehmender Korngröße [Dal02, Wan03, Wei04].

Die Kombination aus hoher Fließspannung und geringer Dehnratenempfindlichkeit führt zu der extrem geringen Gleichmaßdehnung der UFG-Werkstoffe. Diese beträgt häufig nur wenige Prozent, sodass es schon kurz nach Erreichen der Fließspannung bei geringen Dehnungen zu einer Einschnürung und einer instabilen und lokalisierten plastischen Verformung kommt [Ma03]. Das Considère-Kriterium beschreibt das Kriterium für das Eintreten einer Einschnürung/plastischen Instabilität (Gleichung 2.6):

$$\sigma \geq \left( \frac{d\sigma}{d\varepsilon} \right) \quad \text{Gleichung 2.6}$$

Entsprechend dieses Zusammenhangs tritt eine Einschnürung ein, sobald die Fließspannung  $\sigma$  der Verfestigungsrate  $\left(\frac{d\sigma}{d\varepsilon}\right)$  entspricht. Durch die Kornfeinung besitzen die UFG-Werkstoffe eine sehr hohe Fließspannung und durch das fehlende Verfestigungsvermögen ist dieses Kriterium bereits nach kurzen Umformzeiten bzw. geringen Dehnungen erfüllt [Tsu02] (Abb. 2.15).

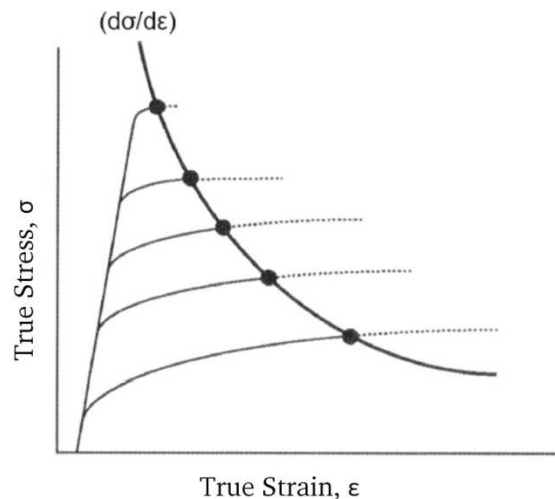


Abb. 2.15: Schematische Darstellung der abnehmenden Gleichmaßdehnung mit zunehmender Fließspannung basierend auf dem Considère-Kriterium [Tsu09b]

Für den technologischen Einsatz von UFG-Werkstoffen ist es daher erstrebenswert, das geringe Verfestigungsvermögen und die Gleichmaßdehnung zu verbessern und eine homogene plastische Umformung zu erzielen. In der Literatur werden hierfür verschiedene Ansätze diskutiert. Eine Möglichkeit ist das Einstellen eines bimodalen Gefüges, bei dem die Festigkeit über die Körner im UFG-Bereich, die Duktilität und das Verfestigungsvermögen über Körner im konventionellen Größenbereich erhalten wird [Ma03, Wan04]. Ein weiterer Ansatz stellt die Erholungsglühung nach der SPD-Umformung dar [Zha04, Hor01]. Hierbei werden die gespeicherten Versetzungen abgebaut, das Verfestigungsvermögen somit verbessert und eine höhere Gleichmaßdehnung erzielt. Die genaue Temperaturwahl ist jedoch von großer Wichtigkeit, da eine Wärmebehandlung bei zu hohen Temperaturen zu einem Kornwachstum und somit einer Abnahme der Festigkeit führen kann.

Trotz der geringen Gleichmaßdehnung weisen die UFG-Werkstoffe insgesamt ein duktiles Umform- und Bruchverhalten auf. Im Vergleich zu anderen festigkeitssteigernden Verfahren (Verformungsverfestigung, mechanisches Legieren, etc.) ermöglicht die Feinkornhärtung das Erreichen einer hohen Festigkeit, ohne dabei einen signifikanten Verlust an Duktilität in Kauf nehmen zu müssen. Am Beispiel von kaltgewalzten Kupfer- und Aluminiumblechen wird der Zusammenhang zwischen der Festigkeitssteigerung durch die eingebrachte Verformung und der Abnahme der Bruchdehnung deutlich (Abb. 2.16) [Val01]. Mit zunehmender plastischer Verformung nimmt die Bruchdehnung und somit Duktilität der Werkstoffe ab. Im Vergleich dazu weisen nanostruk-

turiertes Kupfer und Titan, hergestellt über SPD-Prozesse, eine Kombination aus hoher Festigkeit und hoher Bruchdehnung auf. Dieser Zusammenhang wurde auch für andere nanokristalline Werkstoffe wie Eisen und Nickel gefunden [Wan09].

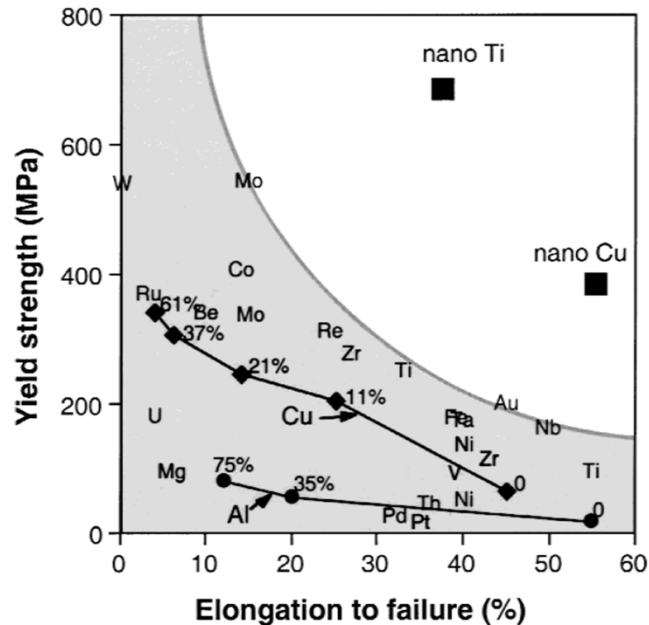


Abb. 2.16: Festigkeitssteigerung und Abnahme der Bruchdehnung am Beispiel von kaltgewalztem Cu und Al im Vergleich zu nanostrukturiertem Cu und Ti mit einer Kombination aus hoher Festigkeit und Duktilität [Val01]

Valiev et al. und Ma begründen diese außergewöhnlich hohe Duktilität durch das Auftreten von zusätzlichen Verformungsmechanismen wie Korngrenzgleiten, Kornrotation oder Coble-Kriechen [Val01, Ma03, Kra05]. Diese Verformungsmechanismen laufen in grobkörnigen Materialien bei Raumtemperatur nicht ab, sondern werden erst bei Temperaturen  $T \gg 0,3 T_{\text{Schmelz}}$  zu dominierenden Deformationsmechanismen [Ber1989]. Nanostrukturierte und UFG-Werkstoffe besitzen hingegen ein sehr hohes Grenzflächenvolumen, weshalb diese Mechanismen bereits bei niedrigen Temperaturen einen Beitrag zu der plastischen Deformation leisten [Val1997, Mey06b, Hül08]. Durch die SPD-Prozesse besitzen die UFG-Werkstoffe in und um die Korngrenzen geometrisch nicht notwendige Versetzungen. Diese werden von den Korngrenzen emittiert und auch wieder absorbiert, sodass die Korngrenzen sowohl als Quelle als auch als Senke für die Versetzungen fungieren und es zu einem Abgleiten der Körner entlang der Korngrenzen kommt [Hül08, Val02]. Das Korngrenzgleiten einzelner Körner würde jedoch nicht ausreichen, um derart hohe plastische Dehnungen zu erreichen. Vielmehr kommt es zu einem kollektiven Korngrenzgleiten von Kornpaketen [Mey06b, Mar07].

Die Erklärung der außergewöhnlichen Duktilität der UFG-Werkstoffe durch zusätzliche Umformmechanismen wie das Korngrenzgleiten bleibt jedoch umstritten. Bedingt durch die geringen Probendimensionen der Zugproben ( $l_0$ -Bereich) werden verhältnismäßig große Längenänderungen erreicht und führen fälschlicher Weise zu viel zu hohen Bruchdehnungen [Zha09].

### 2.3.3 Scherbandbildung

Metallische Werkstoffe neigen während einer Umformung bei sehr hohen Dehnraten ( $10^5$ – $10^6$  s<sup>-1</sup>) zu einem inhomogenen Verformungsverhalten. Die plastische Deformation ist auf sehr schmale Bereiche im Werkstoff lokalisiert, die als adiabatische Scherbänder bezeichnet werden [Xu1996, Krü01]. Zener und Hollomon entdeckten und untersuchten erstmals das Auftreten von adiabatischen Scherbändern in Stählen. Der Begriff „adiabatisch“ ist darauf zurückzuführen, dass innerhalb der schmalen Scherbänder durch die lokalisierte Umformung Verformungsenergie bzw. -wärme freigesetzt wird, die durch die hohe Umformgeschwindigkeit größtenteils in der Umformzone verbleibt und diese dadurch lokal entfestigt, was zu einem Bauteilversagen führen kann [Zen1944].

Im Vergleich zu der Versetzungsbewegung entlang von Gleitebenen, was prinzipiell auch eine lokalisierte plastische Deformation darstellt, unterscheiden sich die Scherbänder deutlich von Gleitebenen. Gleitebenen oder auch Gleitbänder treten häufig nur innerhalb von Körnern auf, die eine definierte kristallografische Richtung und Orientierung besitzen. Scherbänder dagegen werden zwar in einzelnen Körnern initiiert, umfassen jedoch mit zunehmender Verformung über zehn bis hunderte Körner und verlaufen in Scherrichtung ohne eine kristallografische Orientierung. Generell wird bei dem Auftreten von adiabatischen Scherbändern zwischen Deformations- und Transformationsscherbändern unterschieden. In Deformationsscherbändern tritt eine sehr hohe Konzentration von plastischer Verformung ohne eine Phasenumwandlung auf und sie werden u. A. häufig in Eisen und kohlenstoffarmen Stählen beobachtet [Rog1979]. Als charakteristische Größenordnungen für das Auftreten von Deformationsscherbändern werden Dehnungen zwischen 5 und 100, lokale Dehnraten von  $10^4$ – $10^6$  s<sup>-1</sup>, Temperaturerhöhungen von mehreren hundert Grad und eine Scherbandbreite von 10 bis 100  $\mu$ m angegeben [Krü01]. Im Vergleich zu Deformationsscherbändern treten Transformationsscherbänder durch eine Phasenumwandlung auf, wodurch sie sich klar von dem angrenzenden, unverformten Gefüge unterscheiden (Abb. 2.17).

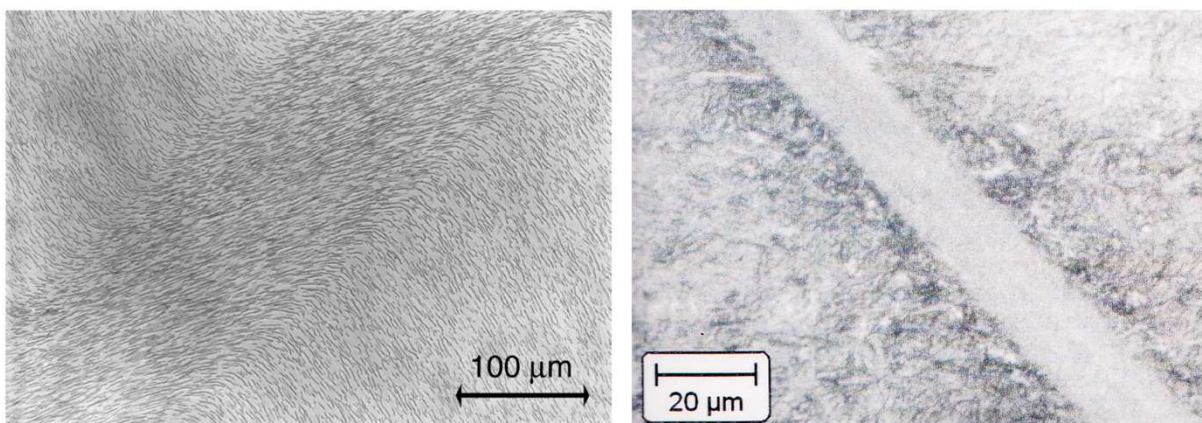


Abb. 2.17: Deformationsscherband in einem Wolframsinterwerkstoff (links) [Krü01], Transformationsscherband in einem gehärteten Stahl 40CrMnMo7 (rechts) [Blü01]



---

Als Ursache für die Bildung von Scherbändern werden verschiedene Einflussfaktoren diskutiert [Krü01, Xue06a]. Wie Zener und Hollomon bereits feststellten, spielt die thermische Entfestigung bzw. ein Wettlauf zwischen thermischer Entfestigung und verformungsbedingter Verfestigung eine große Rolle. Neben dieser recht allgemeinen Betrachtung besitzen weitaus mehr Werkstoffeigenschaften einen Einfluss auf die Scherbandbildung, wie z. B. die Dehnratenempfindlichkeit, das Verfestigungsvermögen oder das Gefüge. Im Allgemeinen wird bei Werkstoffen, die eine niedrige Dehnratenempfindlichkeit der Fließspannung aufweisen, häufig Scherlokalisierung in Form von Scherbändern beobachtet. Die Neigung zur Scherlokalisierung wird vor allem aber durch das Verfestigungsvermögen bestimmt [Xue06a]. Werkstoffe, die eine hohe Festigkeit und ein geringes Verfestigungsvermögen besitzen, weisen eine starke Tendenz zur Scherlokalisierung auf. Der Effekt dahinter beruht auf der Akkumulation einer hohen Defektdichte (Versetzungsstrukturen, Zwillinge) im Werkstoff, wodurch zunehmend eine Verformungsenergie aufgestaut wird. Werden die geometrischen Barrieren für die Versetzungsbewegung zu groß und somit eine weitere plastische Verformung erschwert, wird die aufgestaute Verformungsenergie schlagartig freigesetzt und eine Scherbandbildung initiiert. Untersuchungen an unlegierten Stählen zeigten, dass eine Vorverformung und somit Vorverfestigung die Anfälligkeit für die Scherlokalisierung steigerte. Durch Einbringen einer ausreichend hohen Versetzungsdichte wurde das Verfestigungsvermögen im Werkstoff stark reduziert und die Empfindlichkeit zur Scherbandbildung gesteigert [Krü01].

Ebenso stellt die Korngröße einen Einflussfaktor auf die Scherbandbildung dar, die hinsichtlich der Betrachtung von UFG-Gefügen eine entscheidende Rolle spielt. So wurde in Werkstoffen mit Korngrößen im Submikrokristallinenbereich sowohl unter dynamischer als auch statischer Belastung eine lokalisierte Deformation innerhalb von Scherbändern beobachtet [Wei02, Xue06b]. Im Vergleich zu grobkörnigen Gefügen besitzen ultrafeinkörnige Gefüge, die über SPD-Prozesse hergestellt werden, ein stark reduziertes Verfestigungsvermögen, was bereits in Kapitel 2.3.2 ausführlich beschrieben wurde. Die Versetzungsdichte und die Subkornstrukturen liegen durch den Herstellungsprozess nahezu im Sättigungsbereich, sodass die UFG-Gefüge bereits bei geringen Dehnraten und ohne die Notwendigkeit aufgestauter Verformungsenergie zur Scherlokalisierung neigen [Jia03, Ram04]. Untersuchungen hinsichtlich der Scherlokalisierung von UFG-Gefügen wurden an nanostrukturiertem Eisen durchgeführt, das über die pulvermetallurgische Route hergestellt wurde. Darin konnte gezeigt werden, dass ab einer Korngröße  $< 300$  nm die homogene plastische Deformation in eine inhomogene, lokalisierte Verformung innerhalb der Scherbänder übergeht [Wei02, Jia03]. Unter Druckverformung bildeten sich in dem UFG-Eisenwerkstoff mit einer Korngrößenverteilung zwischen 80–300 nm zunächst vereinzelt Scherbänder aus, die Bandbreiten zwischen 2 und 20  $\mu\text{m}$  besaßen. Mit zunehmender Dehnung breiteten sich die vereinzelt Scherbänder durch die gesamte Probe aus und bildeten ein dichtes Netzwerk mit einer Orientierung  $45^\circ$  zur Belastungsrichtung (Abb. 2.18).

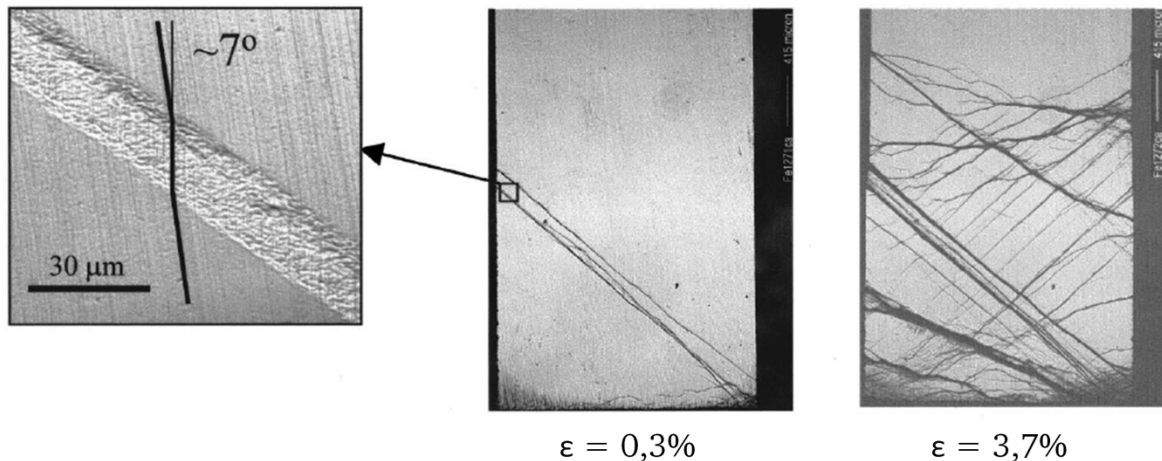


Abb. 2.18: Scherbandbildung in Druckproben aus nanostrukturiertem Eisen bei verschiedenen hohen Dehnungen [Wei02]

In der Literatur werden verschiedene Ansätze der ablaufenden Prozesse in Zusammenhang mit der Scherbandbildung diskutiert. Yang et al. untersuchten an UFG-Proben (hergestellt über HPT) aus Pd und Pd-Ag-Legierungen die Scherbandbildung anhand von Zugversuchen. Die Ergebnisse lieferten eine Übereinstimmung mit vorherigen Untersuchungen von Sabirov et al. an UFG-Aluminiumlegierungen und zeigten, dass ein Zusammenhang zwischen der Scherbandbildung und dem Korngrenzgleiten existiert [Sab08, Yan10]. Die über die SPD-Prozesse hergestellten UFG-Gefüge besitzen Korngrenzen in einem Nicht-Gleichgewicht-Zustand, der einen hohen Anteil an geometrisch nicht notwendigen Versetzungen beinhaltet. Es wurde nachgewiesen, dass diese „überschüssigen“ Versetzungen den Mechanismus des Korngrenzgleitens begünstigen und sich so die Körner durch Kornrotation und kollektives Korngrenzgleiten leicht zu Scherbändern zusammenfügen können.

Sowohl an kfz als auch krz grobkörnigen Metallen wurde eine sehr feinkörnige Mikrostruktur innerhalb der Scherbänder im Vergleich zum grobkörnigen Ausgangsgefüge nachgewiesen [Mat1982, Wei02, Mey03,]. Die Gefüge wiesen eine gleichachsige Kornform und keine Vorzugsorientierung bzw. Textur auf, was auf dynamische Rekristallisationsprozesse zurück geführt wurde. Durch die lokalisierte plastische Deformation und die hohen Temperaturen wurden in den Scherbändern Korngrößen im Bereich von UFG-Gefügen gefunden. EBSD-Messungen des Gefüges innerhalb der Scherbänder eines rostfreien Stahls von Meyers et al. ergaben Korngrößen zwischen 100–200 nm, wobei die Gefügestruktur in manchen Bereichen durch die limitierende Auflösung des EBSD's ( $0,2\ \mu\text{m}$ ) nicht mehr erfasst werden konnte [Mey03]. Die extreme Kornfeinung innerhalb der Scherbänder erfolgt nach Meyers et al. durch verformungsinduzierte und geometrisch notwendige Korngrenzen, die innerhalb der kurzen Deformationsdauer (geschätzte  $10\text{--}50\ \mu\text{s}$ ) um bis zu  $30^\circ$  rotieren können. Dieser Prozess wird als dynamische Rotationsrekristallisation bezeichnet (engl. Rotational Dynamic Recrystallization).

Die Scherbandbildung wird in der Regel anhand von sogenannten hat-shaped Proben untersucht, die über die Hopkinson bar Methode umgeformt werden und sich die



Scherverformung geometrisch bedingt auf einen bestimmten Probenbereich beschränkt [Mey1991]. Mithilfe der „thick-walled cylinder“-Methode [Nes1997] betrachteten Meyers et al. darüber hinaus die Scherbandbildung unter „freier“ Verformung, d. h. die Probe erfuhr an der Oberfläche keine geometrische Einschränkung in der plastischen Verformung. Die Probenoberfläche wies in diesem Fall eine Aufrauung in Form einer Stufenbildung auf, die durch die Scherbandbildung verursacht wurde (Abb. 2.19). Dabei traten Scherbänder in regelmäßigen Abständen auf. Die Scherdehnung konnte durch Vermessen der Stufenhöhe und der Scherbandbreite abgeschätzt werden und lag bei einem Wert von etwa 100.

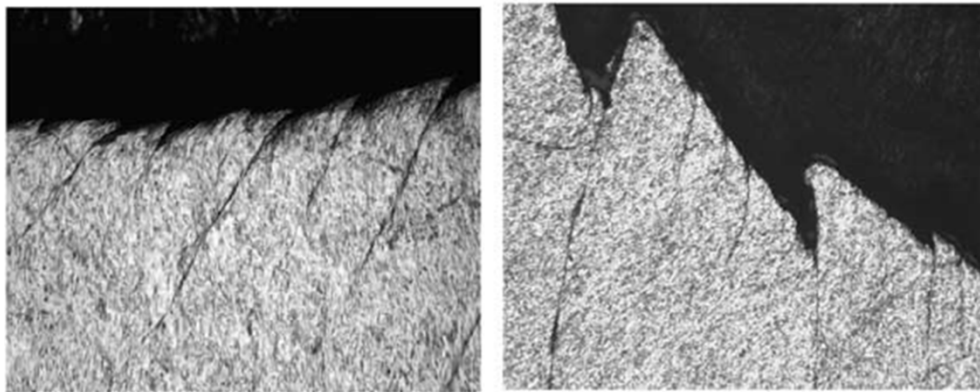


Abb. 2.19: Aufrauen der Probenoberfläche durch die Scherbandbildung in einem Edelstahl [Mey03]

Trotz der lokalisierten plastischen Deformation in den schmalen Werkstoffbereichen kann eine gleichmäßige Verteilung von Scherbändern über das gesamte Probenvolumen eine makroskopische Verformung auf eine relativ homogene Art und Weise ermöglichen. Im Fall der UFG-Werkstoffe, die durch eine sehr geringe Gleichmaßdehnung und frühes Einschnüren geprägt sind, konnte durch die Ausbildung von schmalen und homogen verteilten Scherbändern die Gleichmaßdehnung erhöht werden [Sab08]. Dehnratenabhängige Zugversuche zeigten, dass bei kleinen Dehnraten sehr schmale und viele Scherbänder initiiert wurden (Mikroscherbänder), sich dagegen bei hohen Dehnraten die Verformung auf wenige, sehr große Scherbänder konzentrierte und dadurch bereits bei geringen Dehnungen eine makroskopische Einschnürung herbeigeführt wurde.

## 2.4 Spaltprofilieren und Spaltbiegen

Durch die Einbringung von Verzweigungen kann die technologische Attraktivität von Produkten aus Blechhalbzeugen deutlich gesteigert werden. Die Verzweigungen führen, bezogen auf die eingesetzte Masse, zu einer Erhöhung der Steifigkeit und der Tragfähigkeit eines Bauteils [Gro04, Gro07a]. So kann beispielsweise die Beulspannung eines Bleches durch den Einsatz von Verzweigungen bei gleichem Bauteilgewicht um den Faktor 20 erhöht werden (Abb. 2.20).

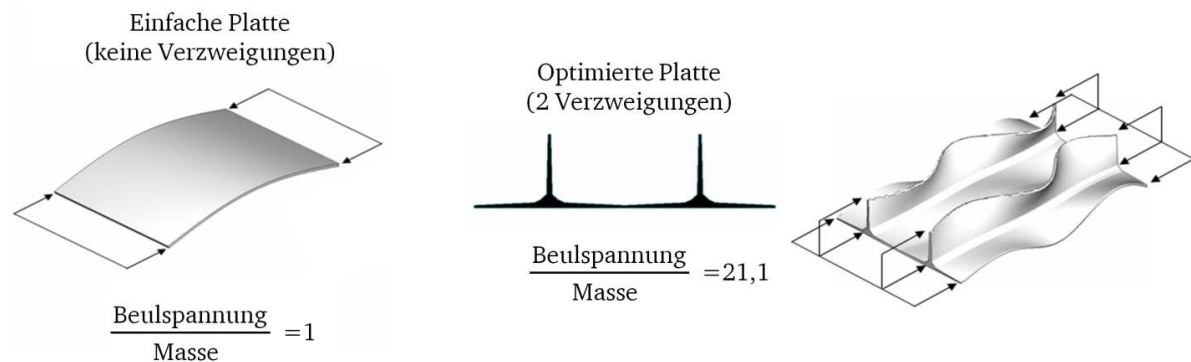


Abb. 2.20: Beulen von Integralplattenprofilen mit relativen Zahlenangaben [Gro04]

Verzweigte Produkte lassen sich integral durch konventionelle Verfahren wie Urformen, Zerspanen und Massivumformung fertigen, die ihre Nachteile allerdings in hohem Materialeinsatz und Nachbearbeitungsaufwand besitzen [Vuc10]. Die Herstellung beispielsweise durch den Prozess des Strangpressens schränkt die Werkstoffpalette auf Aluminiumwerkstoffe ein, da die Prozesskräfte und -temperaturen für Stahlwerkstoffe zu hoch sind und sich dünnwandige Strukturen nur schwer realisieren lassen. Durch die Anwendung differentieller Fertigungsverfahren ist die Fertigung verzweigter Blechkonstruktionen aus Stahlwerkstoffen dagegen realisierbar, jedoch werden hierfür Fügeverfahren wie Schweißen, Kleben und Nieten benötigt, die ungewünschten Einfluss auf die Werkstoffeigenschaften in den Fugezonen nehmen und Materialdoppelungen nach sich ziehen [Jöc05, Gro04]. Somit besteht großes Interesse darin, für die Fertigung verzweigter Blechstrukturen aus Stählen neue integrale Fertigungsverfahren zu entwickeln, zu denen das Spaltprofilieren und das Spaltbiegen zählen [Gro07b].

#### 2.4.1 Grundlagen des Spaltprofilierens

Spaltprofilieren ist ein kontinuierliches Massivumformverfahren zur Herstellung verzweigter Blechprofile in integraler Bauweise. Das Blechhalbzeug wird durch ein Walzensystem, bestehend aus einer stumpfwinkligen Spaltwalze und zwei zylindrischen Hilfswalzen, bei Raumtemperatur umgeformt (Abb. 2.21). Die Spaltwalze greift senkrecht in die Blechkantenmitte ein, wodurch das Material entlang der Oberflächen der Spaltwalze herausfließt und Flansche ausgeformt werden. Die angetriebenen Hilfswalzen, deren Achsen parallel zur Blechebene liegen (x-Richtung), verhindern ein Ausbeulen oder Ausknicken des Blechs und bewegen es durch das Walzensystem [Gro07c, Vuc08].

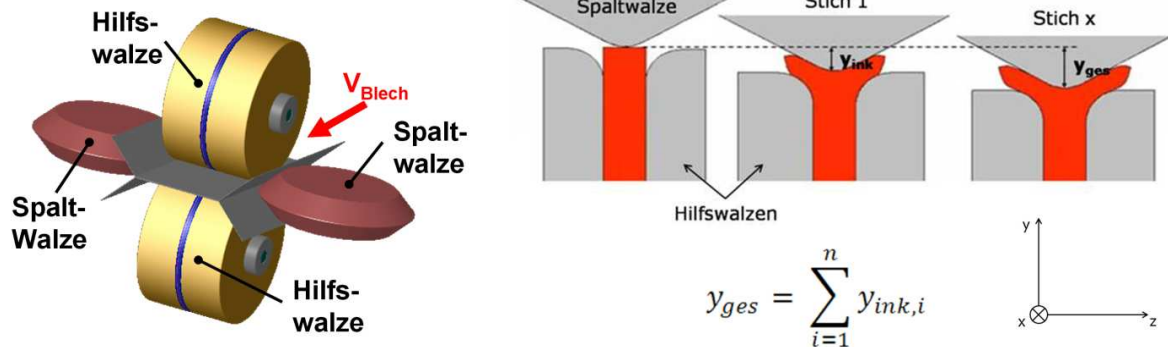
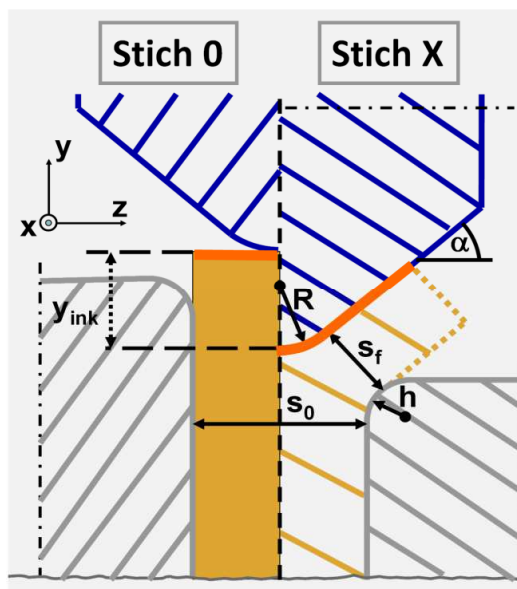


Abb. 2.21: Verfahrensprinzip des Spaltprofilierens [Vuc07]

Die Umformung des Bleches erfolgt in diskreten Stufen mit inkrementellen Zustellungen  $y_{ink}$  pro Walzgerüst, bis die Gesamtpalattiefe  $y_{ges}$  und somit die gewünschte Endgeometrie des Spaltprofils erreicht ist [Vuc07, Vuc10]. Die Breite der Hilfswalzen wird dabei um den Betrag der inkrementellen Zustellung  $y_{ink}$  reduziert, wodurch die Flanschdicke der Spaltprofile mit zunehmender Spalttiefe konstant bleibt. Durch das plastische Fließen entlang der Flanken der Spaltwalze vergrößert sich die Oberfläche der Bandkante und die typische Y-Form des Spaltprofils entsteht. Die Spaltprofilgeometrie wird durch eine Nomenklatur nach Jöckel beschrieben, die folgende Größen enthält [Jöc05]:



|                                |              |
|--------------------------------|--------------|
| Flankenwinkel der Spaltwalze:  | $\alpha$ [°] |
| Arbeitsradius der Spaltwalze:  | $R$ [mm]     |
| Arbeitsradius der Hilfswalzen: | $h$ [mm]     |
| Blechdicke des Halbzeugs:      | $s_0$ [mm]   |
| Eingestellte Flanschdicke:     | $s_f$ [mm]   |

Abb. 2.22: Geometrische Kenngrößen des Spaltprofilierens [Mül08a, Jöc05]

Durch die definierte Position von Walzensystem und Werkstück werden hohe hydrostatische Druckspannungen in der Prozesszone aufgebaut, die nach FE-Simulationen zwischen 1,5 und 2 GPa betragen [Mül07, Bru09]. Neben den hohen hydrostatischen Druckspannungen erfährt der Werkstoff in der Prozesszone hohe Dehnungen, wo-

durch es zur Ausbildung eines ultrafeinkörnigen Gefüges kommt und ein stationärer Zustand (Steady State) erreicht wird. Die Entwicklung des UFG-Gefüges in Verbindung mit der Anzahl an Umformschritten ist bisher noch unklar, wenngleich Untersuchungen zu den Spaltwalzenkräften auf einen Steady State nach Umformgerüst 5–6 hindeuten [Vuc10, Boh10]. Durch das Erreichen des Steady State ändern sich mit zunehmender Spalttiefe das Gefüge und die mechanischen Eigenschaften nicht und eine theoretisch unbegrenzte Umformung ohne Rissbildung wird möglich [Mül08a]. Durch die Ausbildung des UFG-Gefüges wird demnach die Spalttiefe des Spaltprofilierprozesses nicht durch die Kaltverfestigung des Werkstücks begrenzt bzw. ist im Umkehrschluss die Ausbildung des UFG-Gefüges die Voraussetzung für das rissfreie Spaltprofilieren mit unbegrenzter Spalttiefe [Boh10].

Bisher sind die genauen Fließprozesse in der Prozesszone experimentell nicht zugänglich. Zahlreiche Untersuchungen zu den Eigenschaften von Spaltprofilen zeigen, dass die Prozesszone senkrecht zur gespaltenen Oberfläche mit einem Dehnungsgradienten behaftet ist, mit dem ein Eigenschaftsgradient in den Profilen verbunden ist [Mül08a, Boh08]. Parallel zur gespaltenen Oberfläche werden dagegen homogene Eigenschaften beobachtet. Diese experimentell gewonnenen Erkenntnisse führen zu einer vereinfachten Annahme des Materialflusses durch die Prozesszone, in der mit Erreichen des Steady State die Fließwege in der Prozesszone konstant bleiben und somit das Material selbst bei zunehmender Spalttiefe lokal die gleichen Dehnungszustände erfährt (Abb. 2.23) [Bru10]. Die Vergrößerung der Flanschoberseite resultiert in dieser Annahme nicht aus einer sukzessiven Verlängerung der Bandkante des Bleches, sondern aus einem Nachfließen des Werkstoffs.

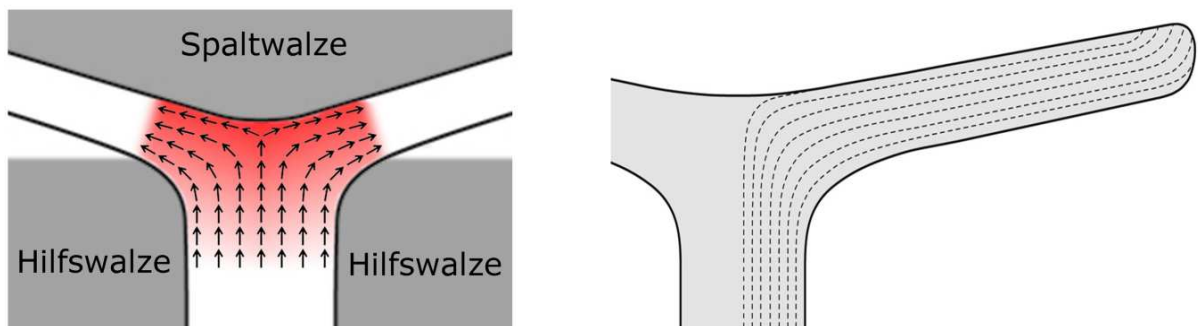


Abb. 2.23: Schematische Darstellung des Materialflusses durch die Prozesszone [Bru10] bei Annahme einer Oberflächenvergrößerung durch Nachfließen des Materials

## 2.4.2 Eigenschaften von Spaltprofilen

Bisherige Untersuchungen zum Spaltprofilieren von Müller, Bohn und Bruder zeigen, dass die Umformprozesse innerhalb der Prozesszone im Spaltgrund und an den Flanschoberseiten zur Entstehung eines UFG-Gefüges führen [Mül08b, Boh08, Boh10]. Mit zunehmendem Abstand zur gespaltenen Oberfläche geht das UFG-Gefüge kontinuierlich in ein klassisch kaltverfestigtes Gefüge über, sodass die Umformung

bzw. die Dehnung innerhalb der Prozesszone nicht homogen abläuft, sondern durch den Dehnungsgradienten ein Gefügegradient senkrecht zur gespaltenen Oberfläche erzeugt wird (Abb. 2.24) [Boh08, Bru10]. Das UFG-Gefüge besitzt in der Ebene parallel zur Flanschoberseite (x-z-Ebene) maximale Kornabmessungen und minimale Kornabmessungen senkrecht zur Flanschoberseite (y-Richtung), sodass es als Pancake-Gefüge bezeichnet wird. Die Korndicke in y-Richtung wird entsprechend als Pancake-Dicke  $d_{\min}$  bezeichnet.

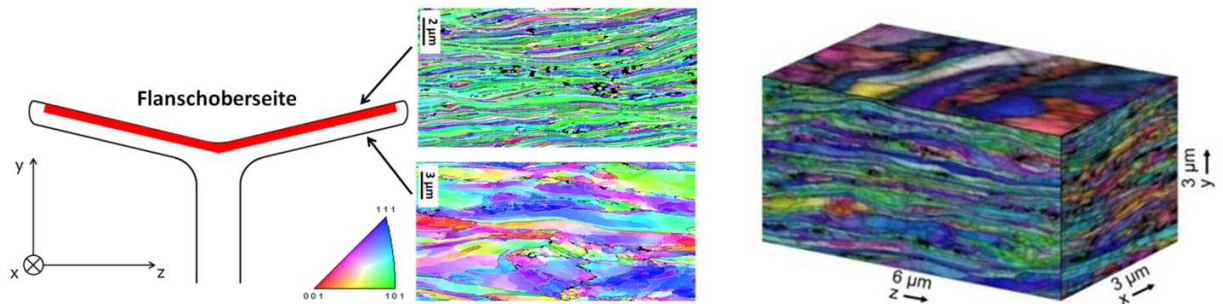


Abb. 2.24: Gefügegradient des Spaltprofils mit UFG-Gefüge an der Flanschoberseite und klassisch kaltverfestigtem Gefüge an der Unterseite (links), 3D-Darstellung des UFG-Gefüges (rechts) [Boh08]

Mit dem Gefügegradient geht in Tiefenrichtung auch ein Gradient in den mechanischen Eigenschaften einher (Abb. 2.25, links). Die Härte wird an der Flanschoberseite durch das Spaltprofilieren im Vergleich zur Ausgangshärte um bis zu 100 % gesteigert und nimmt mit zunehmendem Abstand zur Flanschoberseite kontinuierlich ab. Auch im Bereich der kaltverfestigten Flanschunterseite liegt die Härte über der des Ausgangsmaterials. Parallel zur Flanschoberseite liegen bis zur Flanschspitze dagegen konstante Gefüge und mechanische Eigenschaften vor (Abb. 2.25, rechts). Diese charakteristischen Eigenschaftsverteilungen wurden bislang in Spaltprofilen aus ferritischen Feinkornbaustählen (ZStE500, Rawael 80s) sowie aus einem ferritisch-perlitischen unlegierten Qualitätsstahl (DD11) gezeigt [Boh10].

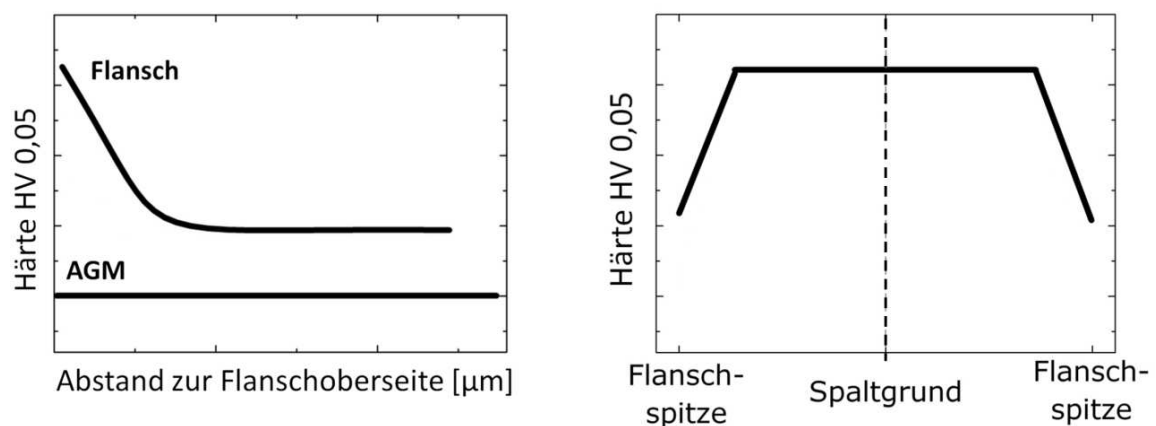


Abb. 2.25: Charakteristische Härteverläufe im Spaltprofil senkrecht (links) und parallel (rechts) zur Flanschoberseite



Neben der gemessenen Härtesteigerung im Bereich der Flanschoberseiten liefern die Zugversuche des Flanschmaterials eine globale Festigkeitssteigerung gegenüber dem Ausgangsmaterial von ca. 60 %. Obwohl das UFG-Gefüge nach strenger Definition lediglich im oberen Drittel des Flansches vorliegt, besitzen die Zugproben das charakteristische Umformverhalten von UFG-Werkstoffen in Form einer hohen Festigkeit, einer geringen Gleichmaßdehnung und eines duktilen Bruchverhaltens [Boh10] (Abb. 2.26, oben). Das duktile Umformverhalten äußert sich in den Bruchflächen durch eine ausgeprägte Dimpelstruktur (Abb. 2.26, links unten). Allerdings weisen die Flansche im Bereich des UFG-Gefüges Mikrorisse auf, die eine Orientierung entlang der Zugachse besitzen und parallel zur Ebene der Pancakes verlaufen (Abb. 2.26, rechts unten) [Bru11]. Diese Sekundärrisse wurden zusätzlich zu den Zugproben ebenfalls an Ermüdungsproben beobachtet [Tom12] und deuten auf geschwächte Korngrenzen der UFG-Pancakes bedingt durch den Spaltprofilierprozess hin.

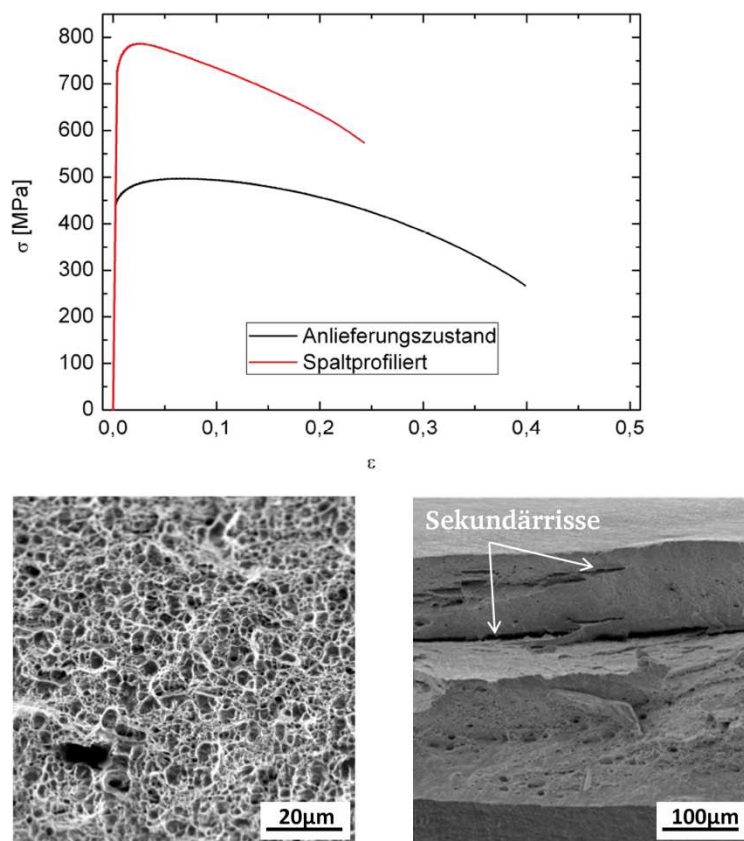


Abb. 2.26: Technisches Spannungs-Dehnungs-Diagramm von ZStE500 im Anlieferungs- und spaltprofilier-tem Zustand (oben) und Detailaufnahmen der Bruchfläche des Flansches aus ZStE500 mit Dimpeln (links unten) und Sekundärrissen (rechts unten) [Bru11]

Der Spaltprofilierprozess führt nicht nur zu einem Gradienten im Gefüge und den mechanischen Eigenschaften, sondern es bildet sich auch ein Gradient in der Textur über die Flanschdicke aus. Unmittelbar an der Flanschoberseite mit den größten Dehnungen liegt eine für krz Metalle typische Walztextur mit einer stark ausgeprägten  $\alpha$ - und  $\gamma$ -Faser vor, die in Richtung Flanschunterseite zunehmend zerfallen und die gemessenen Intensitäten als Scherlagen interpretiert werden können [Bru11, Bru12].

Die thermische Stabilität von Spaltprofilen aus ZStE500 wurde von Bruder für Temperaturen zwischen 300 °C und 600 °C untersucht [Bru08, Bru11]. Dabei konnten die ablaufenden Prozesse in drei temperaturabhängige Effekte eingeteilt werden. Eine Wärmebehandlung oberhalb von 300 °C führt zu einer Härteabnahme und zu Erholungsprozessen im Gradienten des Flansches, die im Bereich der Flanschoberseite mit dem UFG-Gefüge am stärksten ausgeprägt auftreten. Ein Kornwachstum konnte bei diesen Temperaturen nicht gemessen werden. Ab einer Wärmebehandlungstemperatur von 450 °C tritt dagegen zusätzlich zur Erholung auch ein kontinuierliches Kornwachstum ein, das homogen über den Gefügegradienten abläuft. Die Kornwachstumsrate nimmt dabei mit höher werdender Behandlungstemperatur zu. Wärmebehandlungen bei Temperaturen oberhalb von 550 °C führen zu einem diskontinuierlichen Kornwachstum und zu einem Zerstören des UFG-Gefüges.

### 2.4.3 Grundlagen des Spaltbiegens

Das Spaltbiegen zählt wie das Spaltprofilieren zu den Massivumformverfahren für die Herstellung integral verzweigter Blechstrukturen. Das Prozesssprinzip ist mit dem des Spaltprofilierens vergleichbar, jedoch liegen Unterschiede in der Walzenanordnung und den ersten Umformphasen vor. Als Halbzeug dient ein bereits um 90° vorgebogenes Blech und im Gegensatz zum Spaltprofilieren ist eine Flanschausformung an beliebigen Stellen der Blechoberfläche möglich [Rin07]. Die Profilentstehung während des einseitigen Spaltbiegens erfolgt in drei Phasen (Abb. 2.27).

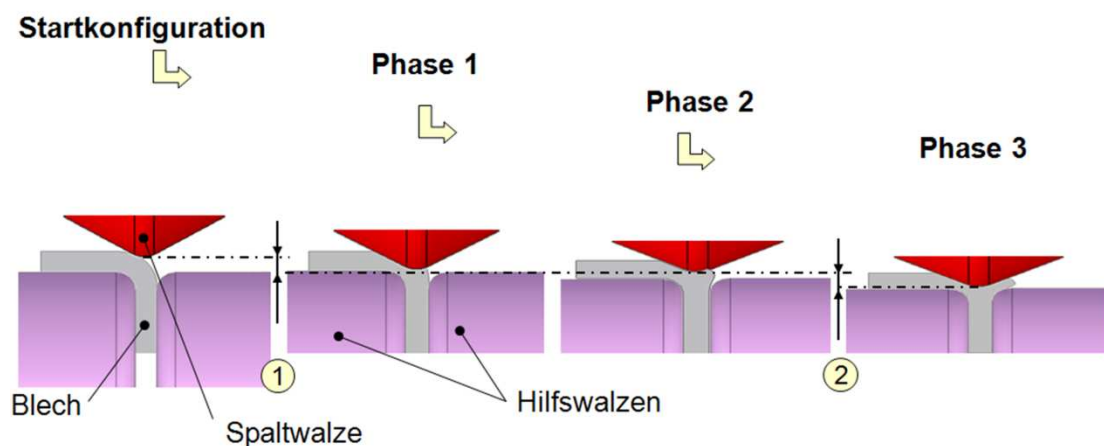


Abb. 2.27: Umformphasen des Spaltbiegens [Rin08]

In Phase 1 wird das gebogene Blechhalbzeug durch Zustellen der Spaltwalze auf die Hälfte der anfänglichen Blechdicke ausgedünnt. Die Breite der Hilfswalzen bleibt in diesem Umformschritt unverändert. Anschließend erfolgt durch schrittweises Zustellen der Spaltwalze um die inkrementelle Spalttiefe  $y_{\text{ink}}$  die Formfüllung des Walzensystems (Phase 2). Die beiden Hilfswalzen werden jeweils um diese Spalttiefe in ihrer Breite reduziert und die Flanschausbildung beginnt. In der dritten Phase entspricht der Umformmechanismus dem des Spaltprofilierens. Die Spaltwalze wird in dieser letzten Phase weiter um  $y_{\text{ink}}$  zugestellt, bis die gewünschte Spalttiefe erreicht ist [Rin08, Gro09]. Diese ergibt sich aus der Summe der einzelnen inkrementellen Zustellungen aus den 3 Phasen. Durch das Spaltbiegen entsteht ein asymmetrisches Profil mit gedünntem Bereich und neu ausgebildetem Flansch (Abb. 2.28, oben). Durch das Zurückbiegen des Spaltbiegeprofils auf  $180^\circ$  können Stringerprofile hergestellt werden, die im Bereich des Schiff- und Flugzeugbaus Anwendung finden (Abb. 2.28, unten).

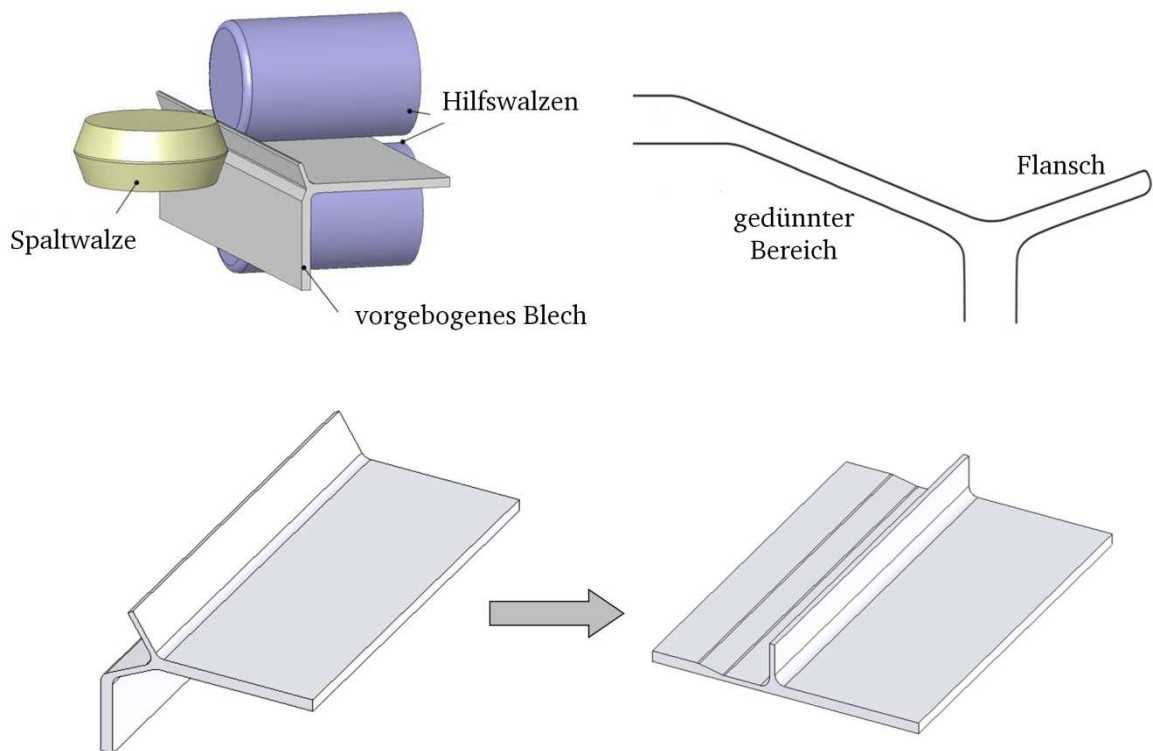


Abb. 2.28: Verfahrensprinzip des einseitigen Spaltbiegens [Gro09] und schematische Darstellung des Spaltbiegeprofils



## 2.5 Texturen

Die Textur stellt eine mikrostrukturelle Eigenschaft von Polykristallen dar, die die Verteilung der kristallografischen Orientierung der Körner innerhalb der Probe beschreibt [Bun1965, Got01, Bey09]. Texturen besitzen Einfluss auf die physikalischen Eigenschaften des Werkstoffs wie z. B. Festigkeit, Duktilität, elektrische Leitfähigkeit und magnetische Suszeptibilität und können darüber hinaus auch die mikrostrukturellen Umformmechanismen und die Bruchzähigkeit beeinflussen [Bey09, Wen04, Koc00]. Quantitativ lässt sich die kristallografische Textur durch eine Orientierungsverteilungsfunktion (engl. ODF: Orientation Distribution Function) der Körner beschreiben [Bun1965, Got01]. Liegen in einem Polykristall alle Orientierungen gleichmäßig verteilt vor, wird dies als eine regellose Orientierungsverteilung bzw. Textur bezeichnet. Tritt dagegen eine Vorzugsrichtung der einzelnen Orientierungen auf, spricht man von einer scharfen oder ausgeprägten Textur (Abb. 2.29) [Koc00, Got01].

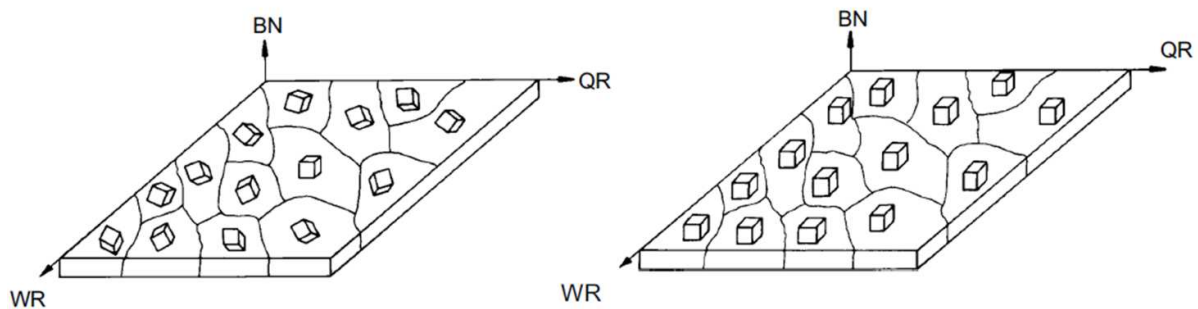


Abb. 2.29: Schematische Darstellung von Blechen mit einer regellosen Orientierungsverteilung (links) und einer Vorzugsorientierung (rechts) [Got01]

Die Gesamtheit der Orientierung aller Körner ist entscheidend für die makroskopischen Eigenschaften des Polykristalls und führt zumeist zu anisotropen Werkstoffeigenschaften. Bei einer regellosen Textur gleichen sich die anisotropen Eigenschaften der einzelnen Körner aus und führen zu makroskopischen isotropen Eigenschaften [Koc00].

Durch technische Formgebungsverfahren wie z. B. Walzen oder Gießen und durch Wärmebehandlungen können gezielt Texturen eingestellt und somit die Eigenschaften des Werkstoffs beeinflusst werden [Bun1971]. So konnte an einem warmgewalzten Blech einer intermetallischen Titan-Aluminium-Legierung eine Walztextur eingestellt werden, durch die das Blech eine Richtungsabhängigkeit in der Festigkeit besitzt. In Walzrichtung verformt sich das Material nahezu spröde, wohingegen es in Querrichtung plastisch einschnürt und verformt [Koc00]. Diese Anisotropie im Umformverhalten wird bei der Bauteilauslegung bzw. -positionierung gezielt genutzt, indem die maximale Festigkeit in Richtung der maximal auftretenden Beanspruchung ausgelegt wird. In Aluminiumlegierungen können bei Strangpressprodukten und Schmiedeteilen Presstexturen eingestellt werden, wodurch eine deutliche Erhöhung der Festigkeitseigenschaften in Pressrichtung hervorgerufen wird [Ost07]. Ein Beispiel für den negativen Einflusseffekt von Texturen ist die Zipfelbildung beim Tiefziehprozess, die zu in-

homogenen Wandstärken des Karosseriebleches führt und einen zusätzlichen Bearbeitungsschritt nach sich zieht [Got01].

### 2.5.1 Darstellung kristallografischer Texturen

Die Orientierung eines Korns beschreibt die geometrische Beziehung seiner kristallografischen Achsen zu dem äußeren Koordinatensystem der Probe. Die wichtigsten und am häufigsten verwendeten Beschreibungen von Orientierungen sind die Miller-Indizes und die Euler-Winkel.

Die Angabe der Miller-Indizes  $\{hkl\}\langle uvw \rangle$  ermöglicht eine sehr anschauliche Beschreibung von Orientierungen. Bei der Betrachtung von Blechen bzw. flächigen Proben ist das äußere Probenkoordinatensystem durch die Walzrichtung (RD), die Richtung der Blechnormalen (ND) und die Querrichtung (TD) definiert. Die  $\{hkl\}$  Indizes beschreiben in diesem Fall die kristallografische Richtung der Blechnormalen, die Indizes  $\langle uvw \rangle$  die kristallografische Richtung parallel zur Walzrichtung, wodurch die Lage einer einzelnen Elementarzelle in der Probe gut dargestellt werden kann [Seb01, Par04]].

Eine alternative, jedoch weniger anschauliche Beschreibung der Orientierung, ist die Angabe der drei Eulerwinkel  $\varphi_1$ ,  $\varphi_2$  und  $\Phi$ , die eine bestimmte Folge von Rotationen angeben, durch die das äußere Probenkoordinatensystem in das Kristallkoordinatensystem überführt wird. In der von Bunge verwendeten Notation wird das Probenkoordinatensystem im ersten Schritt um den Winkel  $\varphi_1$  um die Blechnormale (ND), dann um den Winkel  $\Phi$  um die neue Walzrichtung  $RD'$  und abschließend um den Winkel  $\varphi_2$  um die neue Blechnormale  $ND''$  (001-Richtung) gedreht (Abb. 2.30).

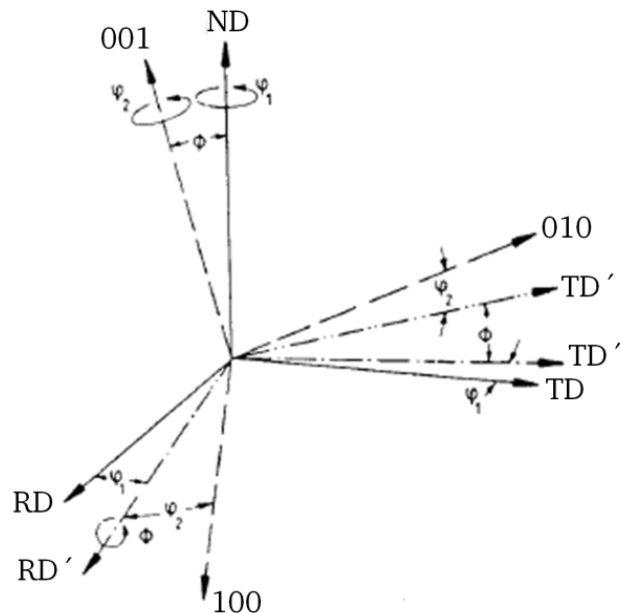


Abb. 2.30: Definition der Eulerwinkel  $\varphi_1$ ,  $\varphi_2$  und  $\Phi$  nach der Bunge-Notation [Han1978]

Die Textur eines Polykristalls wird durch die Gesamtheit aller Orientierungen und quantitativ durch die dreidimensionale Orientierungsverteilungsfunktion (ODF) beschrieben. Nach der Definition von Bunge gibt sie an, welcher Volumenanteil  $dV$  der Probe Orientierungen im Bereich von  $g$  bis  $g+dg$  enthält [Gleichung 2.7, Bun1965]. Dabei erhält die normierte ODF für eine regellose Textur für alle Orientierungen den Wert 1:

$$\frac{dV}{V} = f(g)dg \quad \text{mit} \quad \int_g f(g)dg = 1 \quad \text{Gleichung 2.7}$$

Die Darstellung der dreidimensionalen ODF erfolgt im Eulerraum, der durch die drei Eulerwinkel in Form eines kartesischen Koordinatensystems aufgespannt wird. Durch die gegebenen Kristallsymmetrien der Proben ist es ausreichend, den Eulerraum auf die Winkel von  $0^\circ$  bis  $90^\circ$  zu reduzieren, da eine Betrachtung äquivalenter Orientierungen nicht sinnvoll ist. Für die übersichtlichere Darstellung ist es üblich, den Eulerraum in  $5^\circ$ -Schnitten entlang einer Achse darzustellen, in denen die Belegungsdichte der ODF durch Intensitätslinien dargestellt wird. Je nach Kristallsystem des Werkstoffs werden unterschiedliche Schnitte durchgeführt. Für krz Metalle erfolgen die Schnitte entlang der  $\varphi_2$ -Achse, wobei der Schnitt bei  $\varphi_2=45^\circ$  häufig für die Texturbetrachtung ausreicht, da er die technisch relevanten Orientierungen enthält [Koc00, Eng10]. Die vereinfachte Darstellung der Belegungsdichte entlang bestimmter Achsen im Eulerraum wird als Faserdarstellung bezeichnet, bei der zwei der drei Eulerwinkel konstant gehalten werden und die Belegungsdichte in Abhängigkeit des dritten Eulerwinkels dargestellt wird (Abb. 2.31).

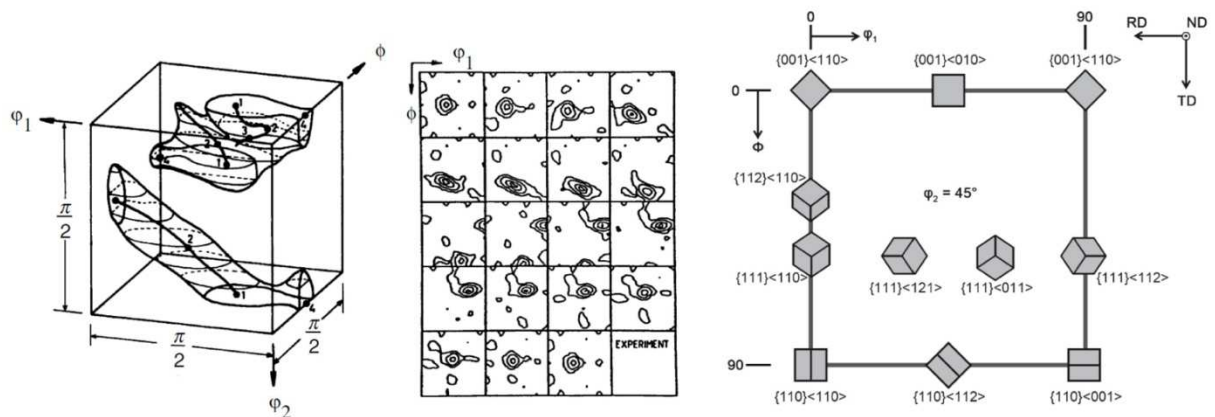


Abb. 2.31: Dreidimensionale Darstellung der Orientierungsverteilungsfunktion im Eulerraum (links), Wiedergabe der ODF durch  $5^\circ$ -Schnitte senkrecht zum Winkel  $\varphi_2$  (Faserdarstellung, Mitte),  $\varphi_2 = 45^\circ$ -Schnitt mit den technisch relevanten kristallografischen Orientierungen (rechts) [Got01, Koc00, Wen04, Bru11]

In der Literatur wird die Textur neben den dreidimensionalen ODF Darstellungen häufig durch zweidimensionale Polfiguren abgebildet, bei denen die Belegungsdichte einer bestimmten kristallografischen Richtung im Probenkoordinatensystem dargestellt

wird. Nachteilig dabei ist, dass lediglich einzelne Richtungen und keine Orientierungen betrachtet werden können [Seb01].

## 2.5.2 Walz- und Schertexturen kubisch raumzentrierter (krz) Metalle

Die **Walztextur** von kaltgewalzten krz Metallen zeichnet sich durch zwei charakteristische Faserlagen aus. Die  $\alpha$ -Faser besitzt eine  $\langle 110 \rangle$  Richtung parallel zur Walzrichtung und verläuft bei den Winkeln  $\varphi_1 = 0^\circ$ ,  $\varphi_2 = 45^\circ$  und  $0^\circ < \Phi < 55^\circ$  (Abb. 2.32). Die Faser endet in der Übergangslage  $\{111\} \langle 110 \rangle$ , die gleichzeitig den Beginn der  $\gamma$ -Faser darstellt. Die Orientierungen der  $\gamma$ -Faser besitzen eine  $\langle 111 \rangle$  Richtung parallel zur Blechnormalen und liegen somit bei den Winkeln  $\varphi_2 = 45^\circ$ ,  $\Phi = 55^\circ$  und  $0^\circ < \varphi_1 < 90^\circ$ . Neben den beiden Faserlagen tritt auch die gedrehte Würfellage als charakteristische Orientierung einer Walztextur auf. Zusammenfassend sind die wichtigsten Lagen einer Walztextur von krz Metallen in Abb. 2.32 dargestellt [Ray1994, Koc00, Eng10].

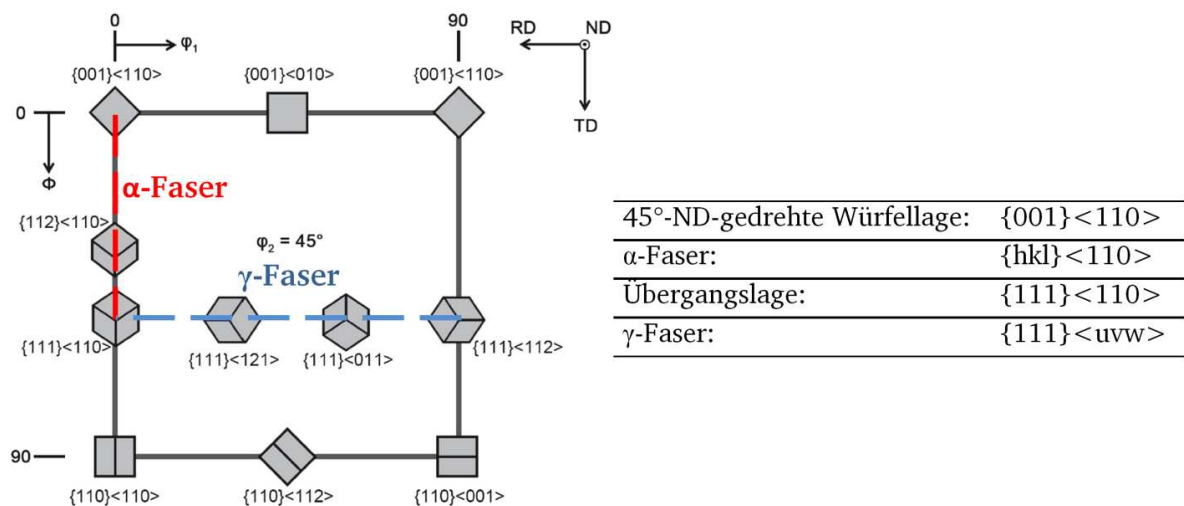


Abb. 2.32: Darstellung des  $\varphi_2 = 45^\circ$ -Schnittes einer klassischen Walztextur für krz Metalle mit den charakteristischen Faserlagen

**Schertexturen** von krz Metallen sind im Allgemeinen durch zwei Fasern charakterisiert, innerhalb derer die häufigsten Kornorientierungen auftreten. Zum einen ist dies die Faser mit einer kristallografischen Orientierung parallel zur Scherrichtung, zum anderen die Faser mit kristallografischen Gleitebenen parallel zur Scherebene. Für krz Metalle besitzt die Faser mit der Orientierung parallel zur Scherrichtung die  $\langle 111 \rangle$  Richtung, die Faser mit Gleitebenen parallel zur Scherebene wird als  $\{110\}$  Faser bezeichnet [Li05, Gaz06]. Die klassischen Orientierungen einer Schertextur von krz Metallen mit den zugehörigen Millerschen Indizes und Eulerwinkeln sind in Abb. 2.33 dargestellt. Daneben zeigt die schematische Darstellung der ODF in den Schnitten bei

$\phi_2=0^\circ$  und  $\phi_2=45^\circ$  anschaulich die Scherlagen mit ihren jeweiligen Bezeichnungen [Mes05, Gaz06].

| bcc ideal simple shear nomenclature |                                |                        |          |             |
|-------------------------------------|--------------------------------|------------------------|----------|-------------|
| Component                           | Miller indices                 | Euler angle            |          |             |
|                                     |                                | $\varphi_1$            | $\Phi$   | $\varphi_2$ |
| ○ F                                 | (110)[001]                     | 0, 180, 360<br>90, 270 | 45<br>90 | 0<br>45     |
| ■ D <sub>1</sub>                    | ( $\bar{1}\bar{1}2$ )[111]     | –<br>90                | –<br>35  | –<br>45     |
| □ D <sub>2</sub>                    | (11 $\bar{2}$ )[111]           | –<br>270               | –<br>35  | –<br>45     |
| ◆ E <sub>1</sub>                    | (011)[111]                     | 55, 235<br>145, 325    | 45<br>90 | 0<br>45     |
| ◇ E <sub>2</sub>                    | (0 $\bar{1}1$ )[111]           | 125, 305<br>35, 215    | 45<br>90 | 0<br>45     |
| ▲ J <sub>1</sub>                    | (0 $\bar{1}1$ )[ $\bar{2}11$ ] | 35, 215<br>125, 305    | 45<br>90 | 0<br>45     |
| ▼ J <sub>2</sub>                    | (110)[ $\bar{1}\bar{1}2$ ]     | 145, 325<br>55, 235    | 45<br>90 | 0<br>45     |

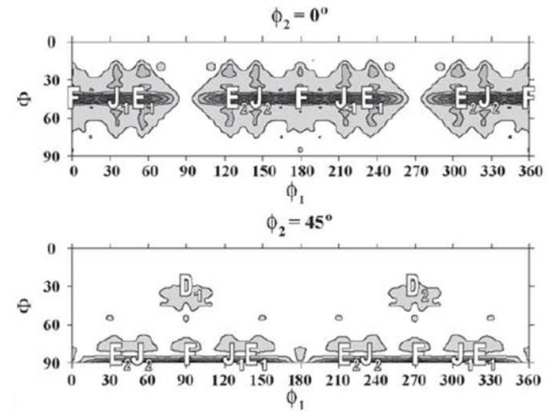


Abb. 2.33: Orientierungen einer klassischen Schertextur für krz Metalle mit den jeweiligen Millerschen Indizes, Eulerwinkeln und schematischer Darstellung in den  $\phi_2$ -Schnitten [Gaz06]

Die Orientierungen der Schertexturen von krz und kfz Metallen können prinzipiell ineinander überführt werden, indem das kristallografische Koordinatensystem durch die gegebene Kristallsymmetrie in kubischen Systemen um  $90^\circ$  um die TD gedreht und somit die Millerschen Indizes  $\{hkl\}$  und  $\langle uvw \rangle$  ausgetauscht werden [Bun1971, Höl1994, Li05].

Kamikawa et al. betrachteten anhand des Accumulative Roll-Bonding Prozesses den Einfluss von Schmierung auf die Textur eines kohlenstoffarmen IF Stahls [Kam07]. Im ungeschmierten Zustand entstand während der ARB-Umformung in der Probe ein Texturgradient, der in der Probenmitte eine Walztextur und an der Probenoberfläche eine Schertextur aufwies (Abb. 2.34). Die zweidimensionalen Faserdarstellungen der ODF der ARB-Probe zeigen in den  $\phi_2=45^\circ$ -Schnitten (rot markiert) die in der Literatur beschriebenen charakteristischen Intensitätslagen für eine Walz- bzw. Schertextur. In der Probenmitte des IF Stahls weist die Walztextur eine ausgeprägte  $\alpha$ - und  $\gamma$ -Faser sowie die gedrehte Würfellage  $\{001\}\langle 110 \rangle$  auf (Abb. 2.34, links). An der Probenoberfläche liegt durch die Reibung im ungeschmierten Zustand eine Schertextur vor, die Intensitäten in den Orientierungen der F-, D- und J-Lagen besitzt (Abb. 2.34, rechts).

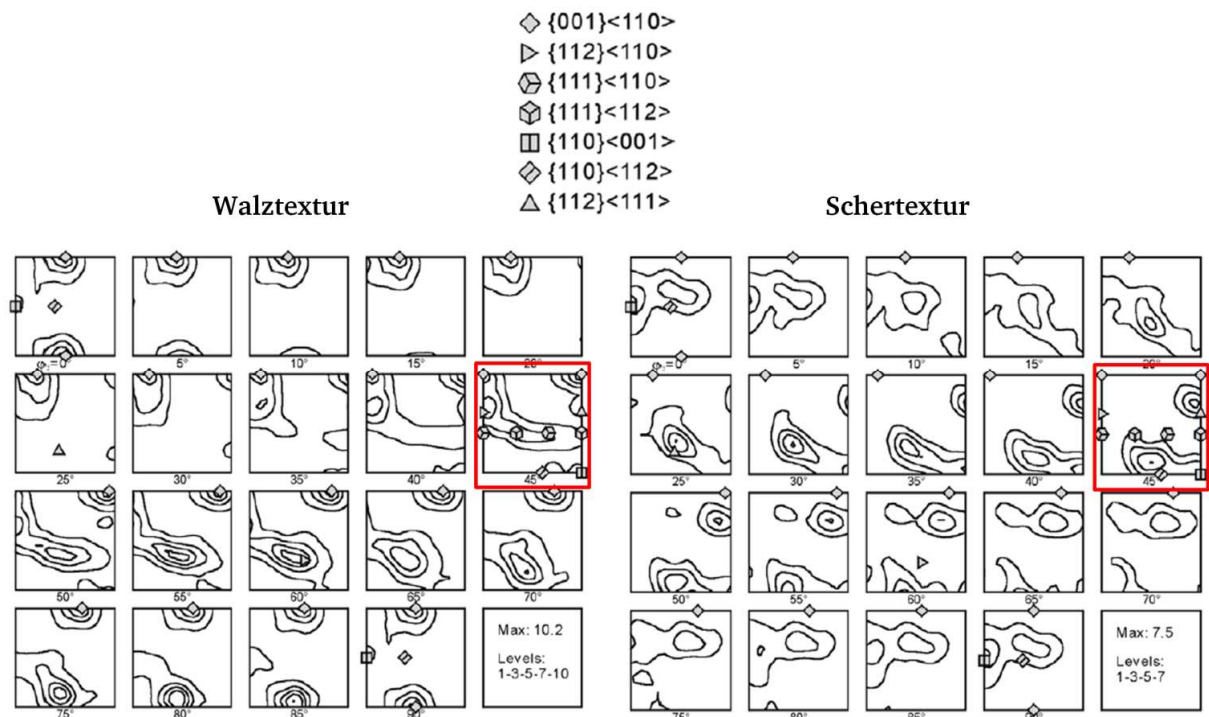


Abb. 2.34: Faserdarstellungen der Walz- und Schertextur in einer ungeschmiedeten ARB-Probe. Rot markiert:  $\phi_2$ -Schnitt bei  $45^\circ$  [Kam07]

Die Untersuchungen von Kamikawa et al. verdeutlichen, dass durch Anpassen des Probenkoordinatensystems an das Kristallkoordinatensystem und durch bestimmte Schnitte in der ODF die ablaufenden lokalen Umformprozesse in einem Werkstoff identifiziert werden können.

## 2.6 Zielstellung der Arbeit

Bislang stand in vorangegangenen materialwissenschaftlichen Arbeiten die systematische Charakterisierung von Spaltprofilen im Fokus, die durch die Ausbildung eines UFG-Gefüges im kontinuierlichen Betrieb rissfrei und mit unbegrenzter Spalttiefe umgeformt werden konnten. Die Modifizierung des Spaltprofilierens führte zu der Entwicklung des neueren Umformverfahrens Spaltbiegen, durch das die Flanschausbildung an einer beliebigen Blechposition erfolgen kann und die Fertigung hochattraktiver Stringerkonstruktionen ermöglicht. Ein Schwerpunkt dieser Arbeit besteht darin, durch eine vollständige Charakterisierung der Spaltbiegeprofile zu überprüfen, inwieweit die bereits gewonnenen Erkenntnisse des Spaltprofilierens auf das Spaltbiegen übertragbar sind und welchen Einfluss die neuen Prozessparameter auf die Profileigenschaften besitzen. Für die Herstellung von ebenen Stringerkonstruktionen werden nachträgliche Biegeoperationen der Flansche notwendig, für die Kenntnisse zu dem Umformverhalten der Flansche mit dem UFG-Gefüge von großer Wichtigkeit sind. In dieser Arbeit sollen daher die Flansche der Spaltprofile umgeformt und ein Beitrag zu dem Verständnis des Umformverhaltens der UFG-Gefüge geleistet werden.



---

Die Spaltprofile weisen aufgrund des Spaltprozesses einen Gefügegradienten auf, der an der Oberfläche eine pancakeartige UFG-Schicht von nur wenigen Hundert  $\mu\text{m}$  besitzt. Aufgrund des geringen Probenvolumens konnten die Eigenschaften des UFG-Gefüges bislang nur lokal über Härtemessungen und EBSD-Aufnahmen erfasst werden, eine Aussage über die globalen Eigenschaften ist jedoch nur eingeschränkt möglich. Anders als durch das Spaltprofilieren können durch die klassischen SPD-Verfahren HPT und ECAP homogene Bulk UFG-Gefüge erzeugt werden, anhand derer eine Betrachtung der Volumeneigenschaften möglich wird. Ziel dieser Arbeit ist daher, in dem für das Spaltprofilieren verwendeten höherfesten Stahl ZStE500 über HPT und ECAP ein Bulk UFG-Gefüge einzustellen, um charakteristische Gemeinsamkeiten und Unterschiede der verschiedenartig erzeugten UFG-Gefüge desselben Werkstoffes herauszuarbeiten. Hierdurch soll es möglich werden, die in der Literatur bereits verfügbaren und die speziell für den ZStE500 gewonnenen Erkenntnisse des HPT und ECAP auf den Spaltprozess zu übertragen und damit die auftretenden Flanscheigenschaften zu klären. Des Weiteren soll überprüft werden, inwieweit sich aus den Eigenschaften des charakteristischen UFG-Gefüges der Spaltprofile allgemeine Erkenntnisse zu dem Verhalten von UFG-Werkstoffen gewinnen lassen.

Die Entstehung des UFG-Gefüges beeinflusst den Spaltprozess wesentlich, indem sie die Prozessgrenzen als auch die Auswahl geeigneter Werkstoffe bestimmt. Bislang ist jedoch unklar, wie sich das UFG-Gefüge in der Prozesszone der Spaltprofile ausbildet. Durch eine systematische Charakterisierung der Spaltprofile nach den einzelnen Spaltgerüsten sollen Erkenntnisse über die Entstehung des UFG-Gefüges während des Spaltprozesses gewonnen werden. Darüber hinaus werden in dieser Arbeit neben dem ZStE500 weitere höherfeste Stähle im spaltprofilierten Zustand untersucht. Hierdurch soll eine Aussage getroffen werden, inwieweit sich die unterschiedlichen Gefüge und mechanischen Eigenschaften der Stähle im Ausgangszustand auf das charakteristische UFG-Gefüge und die Eigenschaftsverteilungen der Stähle im spaltprofilierten Zustand auswirken.



---

## 3 Experimentelle Durchführung

---

### 3.1 Werkstoffe

Im Rahmen dieser Arbeit wurden zwei verschiedene Stähle der High Strength Low Alloyed (HSLA) Güte, ein unlegierter Baustahl sowie ein rost- und säurebeständiger Stahl verwendet. Die Stähle wurden vom Institut für Produktionstechnik und Umformmaschinen (PtU) der TU Darmstadt zur Verfügung gestellt.

#### ZStE500

Bei dem ZStE500 handelt es sich um einen zum Tiefziehen geeigneten, niedriglegierten hochfesten Feinkornstahl, der in die Güte der HSLA Stähle eingeordnet wird. Die Bezeichnung ZStE500 enthält neben der Vorgabe für die Herstellung (Z = kaltgewalzt) eine Angabe der Mindeststreckgrenze von 500 (in MPa), die in einer der drei Richtungen (0°, 45°, 90°) erreicht wurde. Eine alternative Bezeichnung dieser Stahlgüte ist H480LA, bei der die über alle drei Richtungen gemittelte Mindeststreckgrenze (480 MPa) angegeben wird.

Der Stahl stand als Coilmaterial mit einer Blechdicke von 2 mm zur Verfügung. Die chemische Zusammensetzung ist Tabelle 3.1 zu entnehmen und wurde von der Fa. C.D. WÄLZ HOLZ mithilfe eines Funkenspektrometers überprüft.

Tabelle 3.1: Chemische Zusammensetzung des Werkstoffs ZStE500 (in Gew.-%)

| C    | Mn   | Cr  | Ti    | Nb    | Al    | P    | S     | Si    | Fe   |
|------|------|-----|-------|-------|-------|------|-------|-------|------|
| 0,07 | 0,71 | 0,1 | 0,002 | 0,034 | 0,016 | 0,01 | 0,006 | 0,047 | Rest |

#### ZStE340

Der ZStE340 wird in die gleiche Stahlgüte eingeordnet wie der ZStE500 und ist ein kaltgewalzter, niedriglegierter Stahl höherer Streckgrenze. Die Bezeichnungen gelten analog zu denen des ZStE500.

Der Stahl stand als Coilmaterial mit einer Blechdicke von 2 mm zur Verfügung. Die chemische Zusammensetzung ist Tabelle 3.2 zu entnehmen und wurde nicht überprüft.

Tabelle 3.2: Chemische Zusammensetzung des Werkstoffs ZStE340 (in Gew.-%)

| C    | Mn   | Ti    | Nb    | Al   | P    | S     | Si    | Fe   |
|------|------|-------|-------|------|------|-------|-------|------|
| 0,62 | 1,32 | 0,001 | 0,034 | 0,38 | 0,01 | 0,006 | 0,013 | Rest |

## DD11

Bei der Stahlgüte DD11 (ehemals StW22, Werkstoffnummer 1.0332) handelt es sich um einen warmgewalzten, unlegierten Qualitätsstahl [Weg98]. Die untere Streckgrenze  $R_{el}$  liegt zwischen 170–350 MPa, die Zugfestigkeit erreicht maximal einen Wert von 440 MPa.

Der Stahl lag als Platinenmaterial mit einer Blechdicke von 6 mm vor. Die chemische Zusammensetzung ist nach EN 10111 vorgegeben und Tabelle 3.3 zu entnehmen. Die Zusammensetzung wurde nicht überprüft.

Tabelle 3.3: Chemische Zusammensetzung des Werkstoffs DD11 (in Gew.-%)

| C      | Mn    | P       | S       | Fe   |
|--------|-------|---------|---------|------|
| ≤ 0,12 | ≤ 0,6 | ≤ 0,045 | ≤ 0,045 | Rest |

## 1.4016

Der rost- und säurebeständige Stahl 1.4016 (X6Cr17) ist ein hochlegierter und für die Kaltumformung geeigneter Stahl mit einer maximalen Zugfestigkeit  $R_m$  von 600 MPa. Der Stahl lag als Platinenmaterial mit einer Blechdicke von 2 mm vor. Die chemische Zusammensetzung ist Tabelle 3.4 zu entnehmen und wurde nicht überprüft.

Tabelle 3.4: Chemische Zusammensetzung des Werkstoffs 1.4016 (in Gew.-%)

| C    | Mn  | Cr    | P    | S    | Si  | Fe   |
|------|-----|-------|------|------|-----|------|
| 0,08 | 1,0 | 16-18 | 0,04 | 0,03 | 1,0 | Rest |

## 3.2 Fertigungsverfahren

### 3.2.1 Spaltprofilieren

Die Profile wurden an einer Versuchsanlage des Instituts Produktionstechnik und Umformmaschinen (PtU) beidseitig im kontinuierlichen Betrieb spaltprofiliert. Die Dünnbleche (2 mm) der Werkstoffe ZStE500, ZStE340 und 1.4016 durchliefen 10 Walzgerüste mit einer jeweiligen inkrementellen Spalttiefe von  $y_{ink}=2$  mm, wodurch eine Gesamtspalttiefe von  $y_{ges}=20$  mm und eine Flanschdicke  $s_f$  von 1 mm erreicht wurden. Die Spaltwalzen besaßen einen Flankenwinkel von  $10^\circ$  und einen Radius von 4 mm, der Arbeitsradius der Hilfswalzen betrug 2 mm.

Die Spaltprofile bestehen aus einem Steg und jeweils 2 Flanschen pro Spaltprofilierseite (Abb. 3.1). Der Steg entspricht dem unverformten Ausgangsblech und besitzt die anfängliche Blechdicke. Der Bereich des Spaltwalzeneingriffs in die Blechkante, aus der die Flansche heraus geformt werden, wird als Spaltgrund bezeichnet. Der Radius des Spaltgrunds entspricht dem Radius der stumpfwinkligen Spaltwalze. Der Radius entlang des Stegbereichs in die Flanschunterseiten wird durch den Radius der Hilfswalze vorgegeben.

An den Spaltprofilen der unterschiedlichen Werkstoffe wurden Untersuchungen zum Gefüge (Electron Backscatter Diffraction, EBSD-Messungen) und den mechanischen Eigenschaften (Härte, Zugversuche, Biegung) durchgeführt. Die Positionen der durchgeführten Experimente, die Probenentnahmen sowie die Profilbezeichnungen sind in Abb. 3.1 dargestellt.

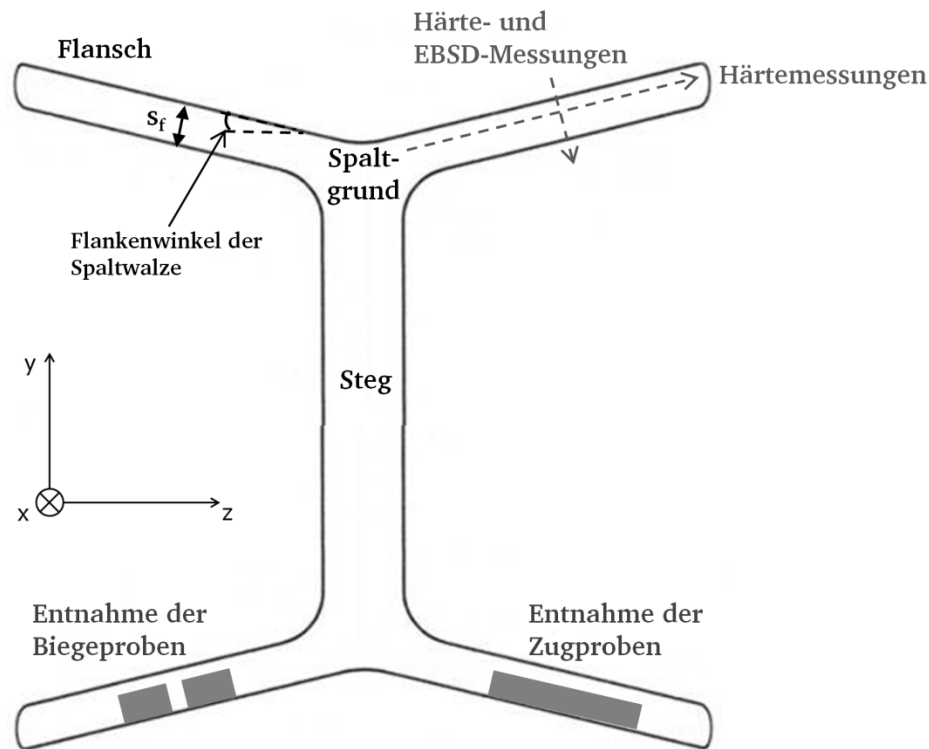


Abb. 3.1: Bezeichnungen des Spaltprofils (aus ZStE500, ZStE340 und 1.4016) und Positionen der Probenentnahme und durchgeführten Experimente

### 3.2.2 Spaltbiegen

Die Spaltbiegeprofile des Werkstoffs DD11 wurden an einer Versuchsanlage des PtU im Reversierbetrieb gefertigt. Das Dickblech (6 mm) wurde durch vorangegangenes Gesenkbiegen um  $90^\circ$  mit einem Innenradius von 5 mm und einem Außenradius von 11 mm gebogen. Das Spaltbiegen erfolgte einseitig in 25 Stichen mit einer inkrementellen Spalttiefe von  $y_{\text{ink}} = 1$  mm und einem Flankenwinkel der Spaltwalze von  $30^\circ$ .

Das Spaltbiegeprofil besteht aus einem unverformten Steg mit der anfänglichen Platinendicke, einem neu ausgeformten Flansch und einem gedünnten Bereich (Abb. 3.2). Der gedünnte Bereich und der Flansch besitzen eine Dicke von  $s_f = 3$  mm.

An dem Spaltbiegeprofil des DD11 wurden Untersuchungen zum Gefüge (EBSD-Messungen) und den mechanischen Eigenschaften (Härte, Zugversuche) durchgeführt. Die Positionen der durchgeführten Experimente, die Probenentnahmen sowie die Profilbezeichnungen sind in Abb. 3.2 dargestellt.

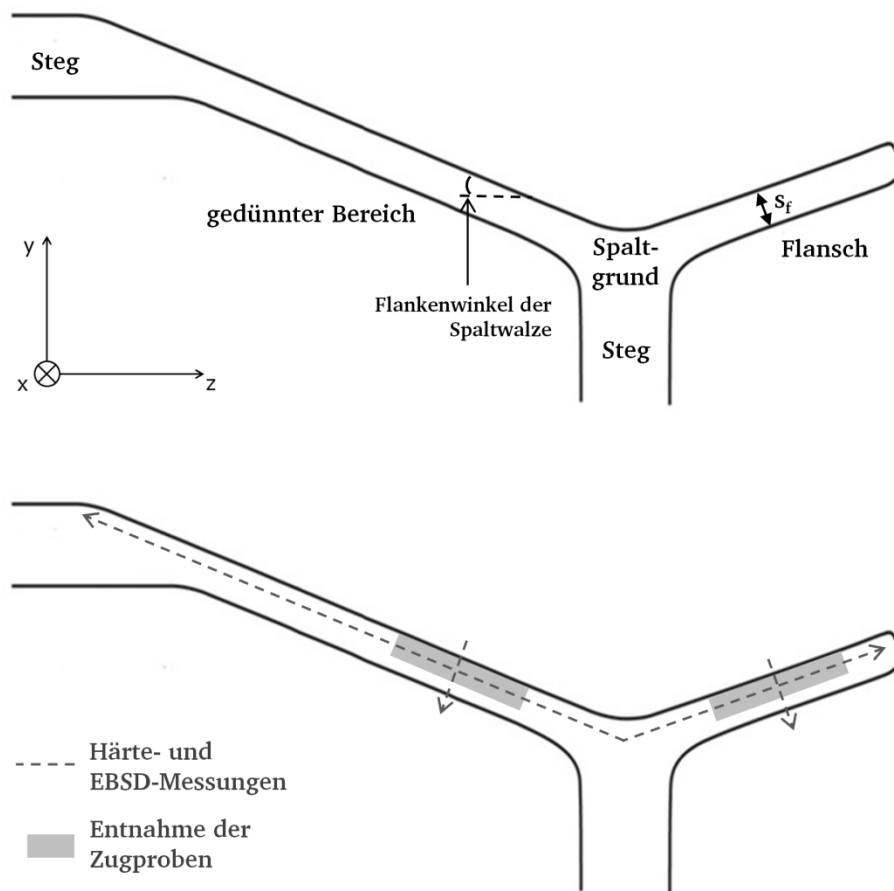


Abb. 3.2: Bezeichnungen des Spaltbiegeprofils (aus DD11) und Positionen der Probenentnahme und durchgeführten Experimente

### 3.2.3 High Pressure Torsion (HPT)

Die HPT-Versuche wurden an der Versuchsanlage der Montan Universität Leoben am Lehrstuhl für Materialphysik durchgeführt. Für die Versuche wurden aus dem Coilmaterial des Werkstoffs ZStE500 Proben mit einem Durchmesser von  $d_0=35$  mm und einer Dicke von  $t_0=2$  mm entnommen (Abb. 3.3). Um eine ausreichend hohe Reibung für die Scherverformung zwischen der Probe und den Stempeln zu erreichen, wurden die Innenseiten der Stempel sandgestrahlt. Die Umformung erfolgte bei Raumtemperatur nach der constrained-Variante mit einer Fase des unteren Stempels von  $300\text{ }\mu\text{m}$ . Die Umformgeschwindigkeit  $V_{\text{HPT}}$  und der hydrostatische Druck  $P_{\text{HPT}}$  betrugen 15 Umdrehungen/Minute bzw. 4 GPa. Die Proben wurden vor der Umformung markiert, um sicherzustellen, dass zwischen der Probe und den Stempeln keine Gleiteffekte während der Umformung auftreten.

Für die HPT-Versuche des ZStE500 wurden  $n=1/4$ -Umdrehung und  $n=1/2$ -Umdrehung gewählt und die Scherdehnung  $\gamma$  und der Umformgrad  $\phi$  für verschiedene Radien  $r$  in der Probe gemäß Gleichung 2.2 berechnet. Die berechneten Ergebnisse sowie die Probenabmessungen sind in Tabelle 3.5 aufgeführt.

Tabelle 3.5: Probenabmessungen, Versuchsparameter und berechnete Dehnungen der HPT-Versuche aus ZStE500

| n    | $d_0$ | $t_0$ | $P_{\text{HPT}}$ | $V_{\text{HPT}}$ | r  | $\gamma$ | $\phi$ |
|------|-------|-------|------------------|------------------|----|----------|--------|
| 0,25 | 35 mm | 2 mm  | 4 GPa            | 15 U/min         | 4  | 3,1      | 1,1    |
|      |       |       |                  |                  | 9  | 7,1      | 1,9    |
|      |       |       |                  |                  | 16 | 12,6     | 2,5    |
| 0,5  | 35 mm | 2 mm  | 4 GPa            | 15 U/min         | 4  | 6,3      | 1,8    |
|      |       |       |                  |                  | 16 | 25,1     | 3,2    |

An den HPT-Proben des ZStE500 wurden Untersuchungen zum Gefüge (EBSD-Messungen) und den mechanischen Eigenschaften (Härte, Zugversuche, Biegung) durchgeführt. Die Positionen der durchgeführten Experimente, die Probenentnahmen sowie die Probenbezeichnungen sind in Abb. 3.3 dargestellt.

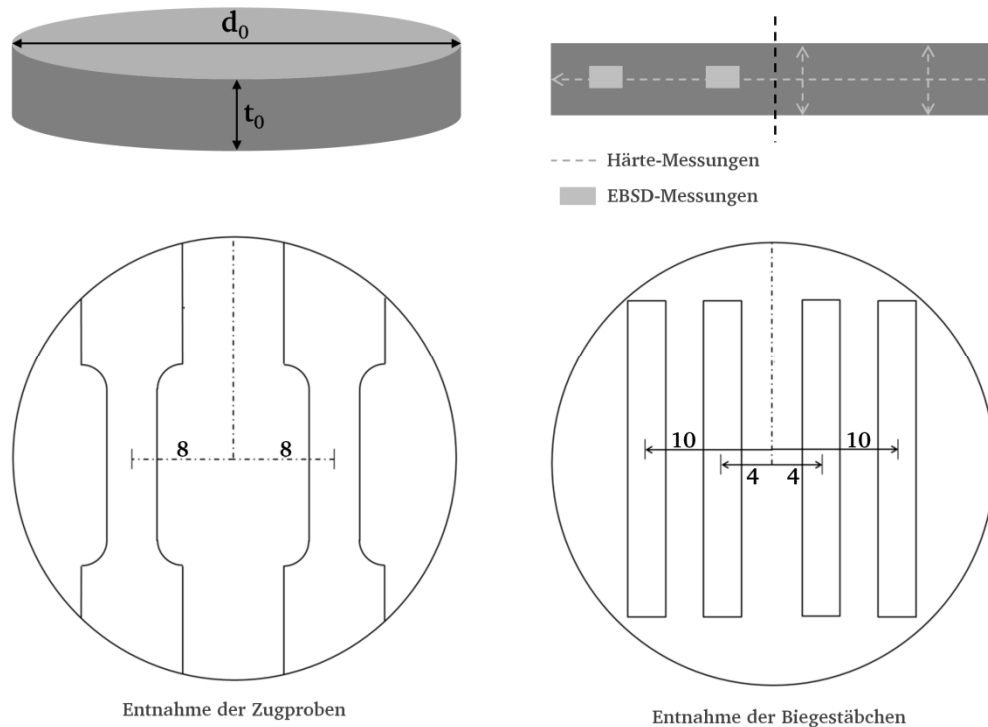


Abb. 3.3: Positionen der Probenentnahme und durchgeführten Experimente der HPT-Proben aus ZStE500

Die Zugproben der HPT-Proben mit  $n=0,25$  und  $n=0,5$  wurden jeweils in einem Abstand von  $r=8$  mm zur Probenmitte entnommen. Die Probenentnahme der 3-Punkt-Biegestäbchen erfolgte bei den Proben mit  $n=0,25$  im äußeren Probenbereich bei  $r=10$  mm, wohingegen die Biegestäbchen der Proben mit  $n=0,5$  im inneren Probenbereich bei  $r=4$  mm entnommen wurden.

### 3.2.4 Equal-Channel Angular Pressing (ECAP)

Die ECAP-Versuche wurden an der Versuchsanlage der Technischen Universität Chemnitz am Institut Werkstofftechnik durchgeführt. Aus dem Coilmaterial des ZStE500 wurden Blechhalbzeuge mit den Abmessungen 2 mm x 55 mm x 200 mm angefertigt und 4 Probenbleche in einem Schritt umgeformt. Um die Prozesskräfte so gering wie möglich zu halten, wurde das restliche ECAP-Werkzeug mit weichgeglühten Aluminiumblechen aufgefüllt. Das ECAP-Werkzeug besaß einen Eingangsquerschnitt von 50 x 50 mm<sup>2</sup> mit einem Kanalwinkel  $\Phi$  von 90°. Die Umformung erfolgte bei Raumtemperatur im geschmierten Zustand und einem Gegendruck von  $P_{\text{ECAP}}=75$  MPa. Die Blechhalbzeuge des ZStE500 wurden in der ersten Versuchscharge einem Umformschritt unterzogen ( $N=1$ ), in der zweiten Versuchscharge wurden die Bleche bis zu einem zweiten Umformschritt der Route C ( $N_c=2$ , Drehung um 180°) verformt. Der auftretende Umformgrad  $\phi$  nach den jeweiligen Umformschritten wurde gemäß Gleichung 2.1 berechnet und ist in Tabelle 3.6 im Überblick dargestellt.

Tabelle 3.6: Versuchsparmeter und berechneter Umformgrad der ECAP-Versuche aus ZStE500

| Anzahl der Bleche |   | $\phi$ | $P_{\text{ECAP}}$ |
|-------------------|---|--------|-------------------|
| N=1               | 4 | 1,1    | 75MPa             |
| $N_c=2$           | 4 | 2,2    | 75MPa             |

An den ECAP-Proben des ZStE500 wurden Untersuchungen zum Gefüge (EBSD-Messungen) und den mechanischen Eigenschaften (Härte, Zugversuche) durchgeführt. Die Positionen der durchgeführten Experimente und die Probenentnahmen sind in Abb. 3.4 dargestellt.

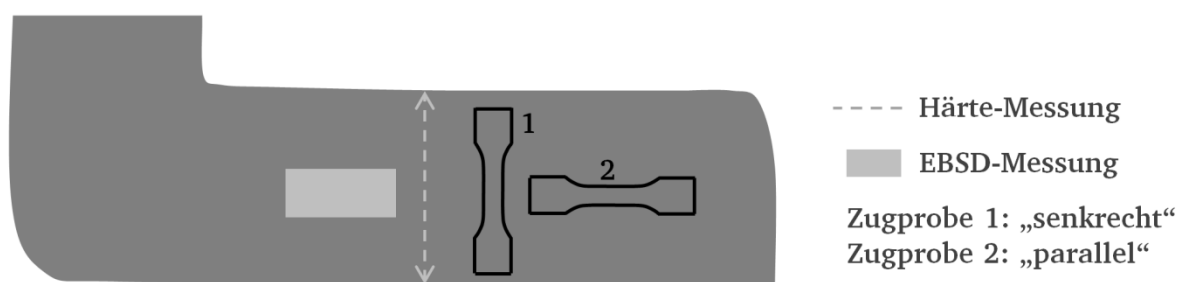


Abb. 3.4: Positionen der Probenentnahme und durchgeführten Experimente der ECAP-Proben aus ZStE500

---

### 3.3 Wärmebehandlungen

Die Wärmebehandlungen an den Spaltprofilen und den HPT-Proben des ZStE500 wurden an einem Dreizonen-Rohröfen unter Argon-Schutzgas durchgeführt. Die Proben wurden in einem  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -Schiffchen gelagert und die Temperatur mittels eines angebrachten Pt/Ru-Pt-Thermoelementes kontrolliert. Die Wärmebehandlungen wurden bei einer Temperatur von 300 °C und 450 °C für jeweils eine Stunde durchgeführt. Nach der Wärmebehandlung erfolgte die Abkühlung der Proben bei Raumtemperatur.

### 3.4 Gefügecharakterisierung

#### 3.4.1 Probenpräparation

Für die Gefügecharakterisierung wurden Probenstücke der Ausgangsbleche, der Spaltprofile, der Spaltbiegeprofile sowie der HPT- bzw. ECAP-Proben mit einer CUTO 35 Nasstrennschleifmaschine getrennt und anschließend in Bakelit mit Grafitzusatz in einer Predopress der Fa. STRUERS bei 180 °C warm eingebettet. Die eingebetteten Proben wurden auf der halbautomatischen Präparationsmaschine Typ Phoenix 4000 der Fa. BUEHLER geschliffen und poliert. Bei den für den Schleifprozess verwendeten Schleifscheiben handelte es sich um Diamantscheiben mit abnehmender Körnung (220, 500, 800, 1200, 2500). Zwischen jedem Schleifschritt wurden die Proben unter Wasser gereinigt. Nach dem Schleifen erfolgte das Polieren mit 6  $\mu\text{m}$ , 3  $\mu\text{m}$  und 1  $\mu\text{m}$  Diamantpoliermittel auf Wasserbasis. Zwischen den einzelnen Polierschritten war eine Reinigung der Schlifffläche unter Wasser mit anschließendem Ultraschallbad erforderlich.

Um für die Proben, an denen anschließend EBSD-Messungen durchgeführt wurden, eine ausreichend hohe Oberflächenqualität zu erreichen, wurden die Schliffe zusätzlichen Präparationsschritten unterzogen. Im Anschluss an das Polieren folgte eine 2-minütige Oberflächenbehandlung durch eine Mischoxid-Suspension ( $\text{Al}_2\text{O}_3$  und  $\text{SiO}_2$ ) Masterpolish der Fa. BUEHLER mit einer Partikelgröße von 50 nm und einem pH-Wert von 9. Durch diese Suspension wird auf den Probenoberflächen von niedrig- und unlegierten Stählen ein chemischer Ätzvorgang als auch ein abrasiver Abtrag erzielt. Abschließend erfolgte eine Politur durch eine weitere  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -Suspension Masterprep (Partikelgröße 50 nm) der Fa. BUEHLER, die zur Beseitigung von Oberflächenkratzern und letzten Verformungsschichten führt.

Zur Gefügekontrastierung wurde eine 2-Vol % Salpetersäure ( $\text{HNO}_3$ -Nitalätzung) in Ethanol verwendet. Die Ätzdauer betrug etwa 10 s.



### 3.4.2 Mikroskopie

Für die lichtmikroskopischen Aufnahmen wurde ein Auflichtmikroskop Axiophot der Fa. ZEISS mit angeschlossener Digitalkamera und Bildsoftware verwendet. Die raster-elektronenmikroskopischen Untersuchungen wurden an verschiedenen Geräten durchgeführt, die sich in ihrem Auflösungsbereich unterscheiden.

Die Bruchflächenuntersuchungen der Zugversuche erfolgten an einem Rasterelektronenmikroskop DSM 962 der Fa. ZEISS mit einer Wolframkathode bei einer Beschleunigungsspannung von 15 kV.

Für die Electron Backscatter Diffraction (EBSD) Untersuchungen wurde ein hochauflösendes Rasterelektronenmikroskop mit Feldemissionskathode (XL30-FEG) der Fa. PHILIPS mit angeschlossenen EBSD-System (EDAX TSL) verwendet. Die Beschleunigungsspannung an diesem Gerät betrug 25 kV, die Proben wurden gegenüber dem einfallenden Elektronenstrahl um 70° gekippt. Für die Datenerfassung und -verarbeitung wurde die Software TSL OIM Data Collection 4 und TSL OIM Analysis 4 verwendet. Das Prinzip einer EBSD-Messung beruht auf elastisch rückgestreuten Elektronen an Beugungsebenen der Proben, die Kikuchilinien erzeugen (Abb. 3.5). Diese werden durch eine Dreiecksanpassung indiziert und die Struktur und Orientierung der Probe anhand von vorliegenden Strukturdatenbanken bestimmt. Die Indizierung der Kikuchilinien erfolgte für alle eingesetzten Werkstoffe anhand der Strukturdaten von  $\alpha$ -Eisen.

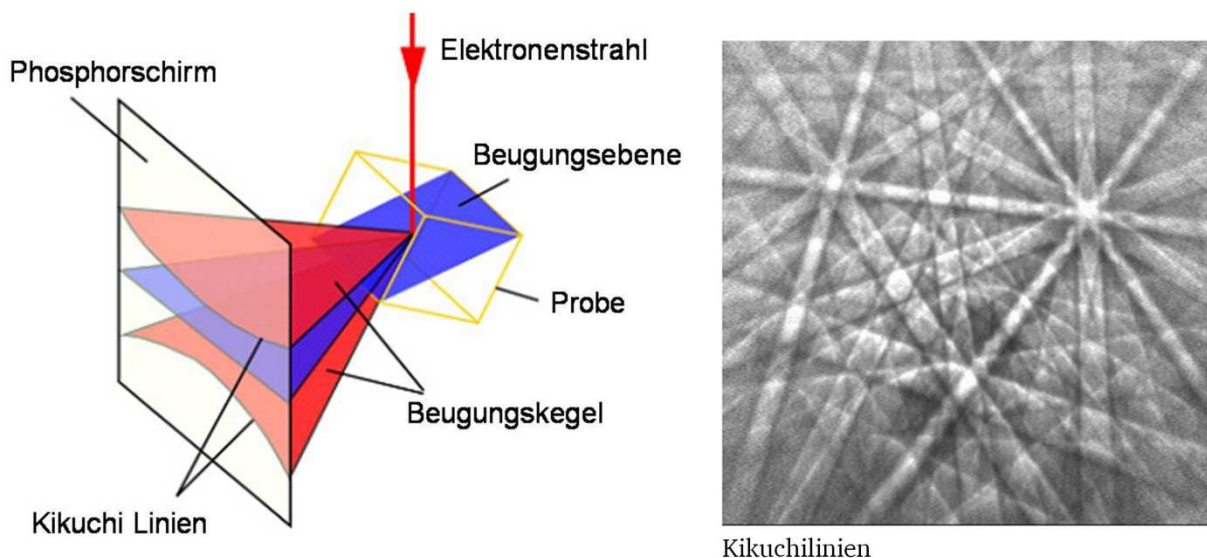


Abb. 3.5: Methodik einer EBSD-Messung (links) und Kikuchilinien (rechts) [Klo07]

Alle EBSD-Messungen wurden Clean-Up Schritten unterzogen, bei denen unzureichend indizierte Messpunkte über sicher indizierte Nachbarpunkte korrigiert oder in den Messergebnissen nicht berücksichtigt wurden. Der Clean-Up Schritt bedingt zu Beginn die Festlegung des maximalen Confidence Index (max. CI=0,1), wodurch alle Messpunkte mit einer schlechteren Indizierungsqualität heraus gefiltert werden. Im folgenden Schritt werden die herausgefilterten Messpunkte an benachbarte Körner

---

angenähert, in denen mindestens 3 Messpunkte einen höheren CI von 0,3 besitzen (Neighbor CI Correlation). Zuletzt erfolgt der Clean-Up über die Orientierungsanpassung benachbarter Körner (Neighbor Orientation Correlation, Level 3). In diesem Schritt wird ein herausgefilterter Messpunkt an die benachbarte Kornorientierung angeglichen, wenn mindestens 3 angrenzende Punkte die gleiche Orientierung besitzen. Alle Punkte, die nach den Clean-Up Schritten keinem Korn zugehörig sind, werden nicht in die Ergebnisauswertung mit einbezogen.

Die Messauflösung wurde in der Software auf  $2^\circ$  festgelegt, d. h. alle Punkte mit einer Fehlorientierung ab  $2^\circ$  werden durch eine Subkorngrenze getrennt. Bei der Bestimmung der Korngröße spielt die Festlegung der Fehlorientierung eine große Rolle. Dabei wird zwischen Subkorngrenzen mit einer Fehlorientierung zwischen  $2-5^\circ$  und einer Korngrenze mit einer Fehlorientierung  $>5^\circ$  unterschieden. In der Software werden Subkornstrukturen mit einer Fehlorientierung zwischen  $2-5^\circ$  als Kleinwinkelkorngrenzen, Korngrenzen mit einer Fehlorientierung  $>5^\circ$  als Großwinkelkorngrenzen angegeben.

Für die Ergebnisdarstellung der EBSD-Messungen wurden Orientierungskarten verwendet, deren Farbkodierung sich an einer inversen Polfigur orientiert (IPF Darstellung). Die Kleinwinkelkorngrenzen wurden als weiße Linien, die Großwinkelkorngrenzen als schwarze Linien dargestellt.

Die Oberflächenuntersuchungen der 3-Punkt-gebogenen Proben erfolgten an einem LEXT OLS 4000 Laser Mikroskop der Fa. OLYMPUS. Die Messungen wurden in quadratischen Messfenstern mit einer Kantenlänge von  $350\text{ }\mu\text{m}$  durchgeführt, anhand derer die Oberfläche 3-dimensional dargestellt und zusätzlich die Oberflächenrauigkeit in Form von Höhenprofilen bestimmt werden konnte.

### 3.4.3 Gefügeanalyse

Für die Korngrößenbestimmung anhand der lichtmikroskopischen Aufnahmen der Probenschliffe wurde die Auswertesoftware Lince 2.4.2 $\beta$  verwendet, mithilfe derer einzelne Gefügeparameter wie Kornstreckung, Phasenanteile sowie Korngrößen nach dem Prinzip des Linienschnittverfahrens ermittelt werden. Da bei diesem Verfahren die Subkornstrukturen des Gefüges nicht erfasst werden, treten Unterschiede zu den ermittelten Korngrößen aus den EBSD-Messungen auf. Um eine Vergleichbarkeit der Gefüge verschiedener Werkstoffe und Fertigungsverfahren zu gewährleisten, wurden ausschließlich die Gefügeparameter, die anhand der EBSD-Messungen bestimmt wurden, verwendet.

Für die Auswertung der Gefügeparameter mithilfe der EBSD-Software TSL OIM Analysis 4 wurden alle Korngrenzen mit einer Fehlorientierung ab  $2^\circ$  Verkipfung und somit alle auflösbaren Subkornstrukturen einbezogen. Die standardmäßig definierte mittlere Korngröße wird als flächenbezogene Korngröße angegeben, bei der alle Messpunkte innerhalb eines Korn aufsummiert und die berechnete Fläche des Kornes auf eine Kreisfläche mit dem Korndurchmesser  $d$  umgerechnet wird. Für den Gefügevergleich der Proben der verschiedenen Fertigungsverfahren ist jedoch die Wahl geeigneter Gefügeparameter von großer Bedeutung, die die Kornstreckung als

---

auch die Subkornstruktur berücksichtigen. Im Fall der extrem gestreckten UFG-Gefüge der Spaltprofile wurde die Korngröße nach dem Modell der effektiven Korngröße  $d_{eff}$  bzw. der mittleren Gleitlänge von Versetzungen bestimmt, die in Abhängigkeit des Kornstreckungsgrads  $a$  und der Pancake-Dicke  $d_{min}$  berechnet wird (Gleichung 3.1) [Bru11]:

$$d_{eff} = d_{min} \cdot [0,5964 \cdot \ln(a) + 0,9675] \quad \text{Gleichung 3.1}$$

Anhand dieses Modells wird in den gestreckten Körnern eine mittlere Gleitlänge von Versetzungen definiert, die eine Proportionalität zu dem mittleren Korndurchmesser besitzt und somit die Hall-Petch-Beziehung angewendet werden kann. Die Bestimmung der Pancakedicke  $d_{min}$  erfolgte anhand eines implementierten Templates nach dem Prinzip des Linienschnittverfahrens. Dieses bezieht keine Kornflächen ein, sondern durch Schneiden der Korngrenze mit der Segmentlinie erhält jedes Korn eine Segmentlänge, die der Korndicke entspricht. Anschließend wird über alle Korndicken gemittelt. Für die Berechnung des Kornstreckungsgrads  $a$  werden jeweils die Quotienten aus dem maximalen und minimalen Korndurchmesser der einzelnen Körner berechnet und der Mittelwert gebildet.

Für die Berechnung der Korngrenzdicke wurde die Länge aller Korngrenzen ab einer Fehlorientierung  $>2^\circ$ , d. h. Kleinwinkel- und Großwinkelkorngrenzen, aufsummiert und die Gesamtlänge auf die Fläche des Messfensters bezogen.

### 3.4.4 Texturanalyse

Die Texturanalysen erfolgten anhand der EBSD-Messungen, für die jeweils ein ausreichend großes Messfenster und eine Kornanzahl von mindestens 1000 verwendet wurde. In der Auswertungssoftware TSL OIM Analysis 4 erfolgte die Berechnung der Orientierungsverteilungsfunktionen (ODF's) durch eine Fourierentwicklung von Kugelfunktionen mit einer Halbwertsbreite von  $5^\circ$  und einem Entwicklungsgrad von 34. Für die Darstellung der Texturen wurde die Notation nach Bunge gewählt. Es wurden  $5^\circ$ -Schnitte der ODF entlang der  $\varphi_2$ -Achse (im Bereich von  $0-90^\circ$ ) berechnet, die Ergebnisdarstellung jedoch auf den Schnitt bei  $\varphi_2 = 45^\circ$  beschränkt, da dieser alle wesentlichen Informationen bzgl. Verformungstexturen beinhaltet.

## 3.5 Mechanische Werkstoffcharakterisierung

### 3.5.1 Härtemessungen

Die Härtemessungen an den Spalt- und Spaltbiegeprofilen, den HPT- und den ECAP-Proben wurden an einem Indentec ZHV $\mu$  der Fa. ZWICK/ROELL nach dem Vickersverfahren mit einer Prüflast von 50 g (HV0,05) durchgeführt. Die Ausgangswerkstoffe

---

wurden im Quer- als auch im Längsschliff über die Blechdicke vermessen (mindestens 10 Härteeindrücke) und der Mittelwert bestimmt.

In den Spaltprofilen und den Spaltbiegeprofilen wurde die Härte an Querschliffen parallel und senkrecht zur gespaltenen Oberfläche bestimmt (siehe Abb. 3.1, Abb. 3.2). An den HPT-Proben aus ZStE500 erfolgte die Härtebestimmung im Querschliff über den gesamten Probendurchmesser mit einem Eindruckabstand von je 500  $\mu\text{m}$ . Sowohl im inneren als auch im äußeren Radienbereich wurden zusätzlich Härtemessungen über die Probendicke durchgeführt (siehe Abb. 3.3). Die Härte der ECAP-Proben aus ZStE500 wurde über die gesamte Probendicke gemessen (siehe Abb. 3.4). Alle Härtemessungen in den Spalt- und Spaltbiegeprofilen sowie den HPT- und ECAP-Proben wurden mindestens dreifach gemessen und gemittelt.

Für die Untersuchungen der 3-Punkt-Biegestäbchen der Spaltprofile und der HPT-Proben wurde für die Härteprüfung nach Vickers eine Prüflast von 10 g (HV0,01) gewählt, da für den zu untersuchenden kleinen Probenbereich Härteeindrücke mit geringen Eindruckdiagonalen notwendig waren.

### 3.5.2 Zugversuche

Für die Untersuchung der mechanischen Eigenschaften der verschiedenen Werkstoffe im Anlieferungszustand wurden den Blechen in Walzrichtung (Coil, Platine) Flachzugproben entnommen und im einachsigen Zugversuch geprüft.

Die Zugproben aus dem Flanschmaterial der Spaltprofile sowie dem Flansch und dem gedünnten Bereich des Spaltbiegeprofils wurden in Profilierrichtung (siehe Abb. 3.1 und Abb. 3.2, in x-Richtung) entnommen. Die Zugproben der HPT-Proben besaßen aufgrund der scheibenförmigen Geometrie einen abgerundeten Einspannbereich und wurden in einem Abstand von  $r=8\text{ mm}$  zum Probenmittelpunkt entnommen (siehe Abb. 3.3). Für die Untersuchung der mechanischen Eigenschaften der ECAP-Proben wurden richtungsabhängig (parallel und senkrecht, siehe Abb. 3.4) Zugproben gefertigt.

Alle Flach-Zugproben besaßen eine Geometrie mit den Prüflängen  $l_0=12\text{ mm}$ ,  $b_0=4\text{ mm}$  und  $d_0=0,8\text{ mm}$ . Die Flachzugproben der Spaltprofile und Spaltbiegeprofile wurden ausgehend von den Flanschunterseiten auf die Dicke  $d_0$  gefräst, die Flachzugproben der HPT- und ECAP-Versuche wurden gleichmäßig von beiden Seiten abgetragen.

Eine Ausnahme bilden die Mini-Flachzugproben der Flansche des Werkstoffs ZStE340 mit einer Prüflänge  $l_0$  von 3 mm. Grund hierfür sind die zu geringen Flanschlängen der Spaltprofile, aus denen keine breiteren Zugproben gefertigt werden konnten. In Abb. 3.6 sind beide Prüfgeometrien dargestellt.

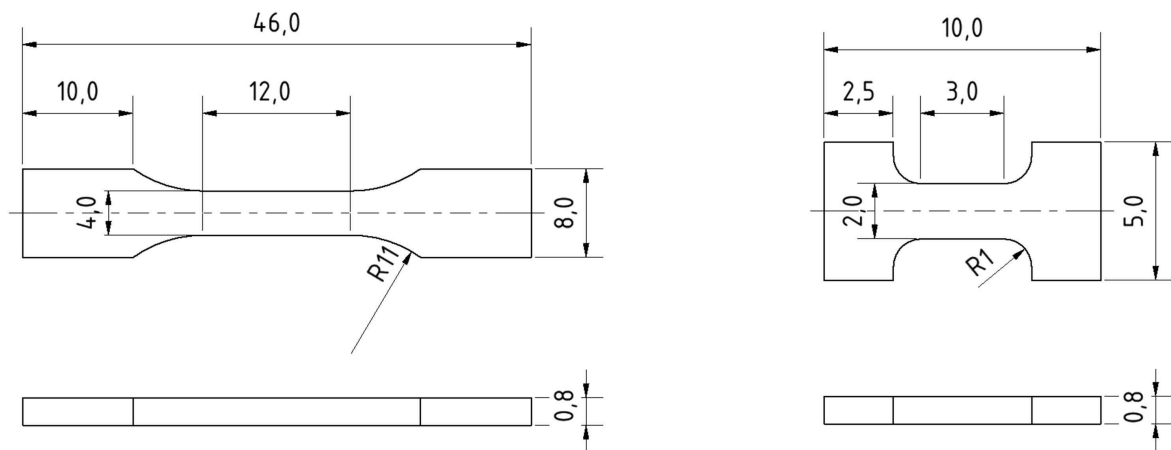


Abb. 3.6: Geometrie der Flachzugproben mit  $l_0=12$  mm (links) und Mini-Flachzugproben mit  $l_0=3$  mm (rechts)

Alle Proben wurden auf einer elektromechanischen Universalprüfmaschine INSTRON 5569 bei konstanter Traversengeschwindigkeit und einer anfänglichen Dehnrates von  $\dot{\varepsilon}=8 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$  bis zum Bruch belastet.

### 3.5.3 3-Punkt-Biegung

Neben den Zugversuchen wurden für die Untersuchung des Umformverhaltens zusätzlich 3-Punkt-Biegeversuche an Flanschen und HPT-Proben aus ZStE500 durchgeführt. Durch die Biegung ist es möglich, die maximale Beanspruchung im Bereich der UFG-Gefüge zu konzentrieren und somit Erkenntnisse zum Umformverhalten der UFG-Gefüge unter Druck- bzw. Zugbeanspruchung zu gewinnen. Die Biegestäbchen wurden in den Spaltprofilen analog zu den Zugproben in Profilierrichtung entnommen (Abb. 3.1). Die Probenentnahme in den HPT-Proben erfolgte geometriebedingt aus verschiedenen Radienbereichen, d. h. aus dem inneren Probenbereich bei einem Radius von  $r=4$  mm sowie aus dem äußeren Bereich bei  $r=10$  mm (Abb. 3.3).

Die Biegestäbchen der Flansch- und HPT-Proben besaßen einen rechteckigen Querschnitt mit einer Länge  $L=25$  mm und einer Breite  $B=3$  mm (Abb. 3.7). Die Biegestäbchen der Flansche wurden ausgehend von der Flanschunterseite auf eine Höhe von  $H=0,8$  mm abgetragen, sodass die Proben den Gefügegradient ausgehend von der Flanschoberseite (UFG-Gefüge) bis in eine Tiefe von 0,8 mm enthalten. Die Höhe der HPT-Biegeproben betrug 2 mm.

Die Biegeversuche wurden an einer servohydraulischen Prüfmaschine PSB 63 der Fa. SCHENCK durchgeführt. Für die Biegung wurden Belastungsgeschwindigkeiten von  $2,4 \text{ mm min}^{-1}$  und  $24 \text{ mm min}^{-1}$  gewählt, um den Einfluss der Dehnrates auf das Umformverhalten untersuchen zu können. Als Abbruchkriterium wurde ein Verfahrweg des oberen Auflagers von 4 mm gewählt, der einem Biegewinkel von  $25^\circ$  entspricht. Die Flanschproben wurden dabei unterschiedlich positioniert, sodass die Flanschober-

seite mit dem UFG-Gefüge sowohl unter Druck als auch unter Zug gebogen wurden. Die HPT-Proben wurden nur in einer Position gebogen, da sie über die Probendicke keinen Eigenschaftsgradienten besitzen.

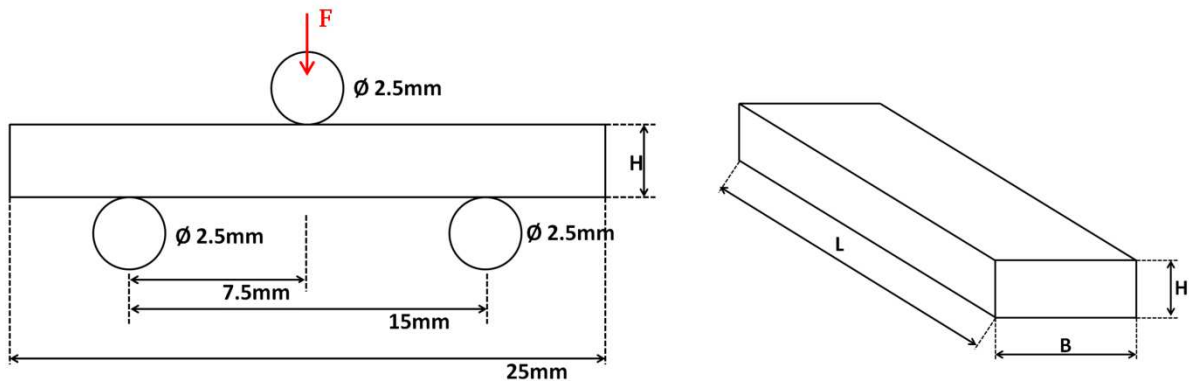


Abb. 3.7: Schematische Darstellung der 3-Punkt-Biegung und der Probengeometrie

### 3.5.4 FEM-Modellierung

Um die Spannungsverteilungen durch die Biegung in den Proben bestimmen zu können, wurden die 3-Punkt-Biegeversuche mittels der FEM modelliert. Hierfür wurde ein zweidimensionales Biegemodell in der Simulationssoftware Abaqus/CAE 6.11-1 mit einem implizierten Standard Solver verwendet. Bei der Erstellung des Modells wurden für die Rollen der Auflager analytisch starre Körper angenommen, die weder eine plastische noch eine elastische Verformung der Rollen zulassen. Die Implementierung der Materialeigenschaften der Biegeproben erfolgte durch Fließkurven, die anhand von Zugversuchen bestimmt und nach Hollomon gefittet wurden. Um den Gefügegradienten des Flansches abzubilden, wurde jeweils für die Flanschoberseite (0–400  $\mu\text{m}$ ) als auch für die Flanschunterseite (400–800  $\mu\text{m}$ ) eine Fließkurve implementiert und somit ein 2-Schichten-Modell der Biegeprobe generiert. Die Verformung wurde über die Time Period des Steps geregelt, die der Versuchsdauer entspricht. In den Randbedingungen wurde die Verformung zusätzlich über die Belastungsgeschwindigkeit definiert, wodurch das Abbruchkriterium der Biegeversuche abgebildet wurde. Der Kontakt zwischen den Rollen der Auflager und den Biegeproben wurde reibungsfrei simuliert.



---

## 4 Ergebnisse

---

### 4.1 Ausgangsmaterial

#### ZStE500

Das globulare Gefüge des kaltgewalzten ZStE500 (H480LA) besitzt eine ferritische Matrix mit Zementit ( $\text{Fe}_3\text{C}$ )-Ausscheidungen an den Korngrenzen (Abb. 4.1, links). Die mittlere Korngröße wurde lichtmikroskopisch zu  $6\text{ }\mu\text{m}$  bestimmt. Im Vergleich zu den lichtmikroskopischen Vermessungen liefern EBSD-Messungen eine mittlere Korngröße von  $4\text{ }\mu\text{m}$  mit einem Anteil an Großwinkelkorngrenzen (GWKG) von 66 % (Abb. 4.1, rechts). Der Unterschied in den Korngrößen ergibt sich dadurch, dass bei der lichtmikroskopischen Bestimmung die Kleinwinkelkorngrenzen (KWKG) nicht detektiert und somit nicht in die Auswertung mit einbezogen werden.

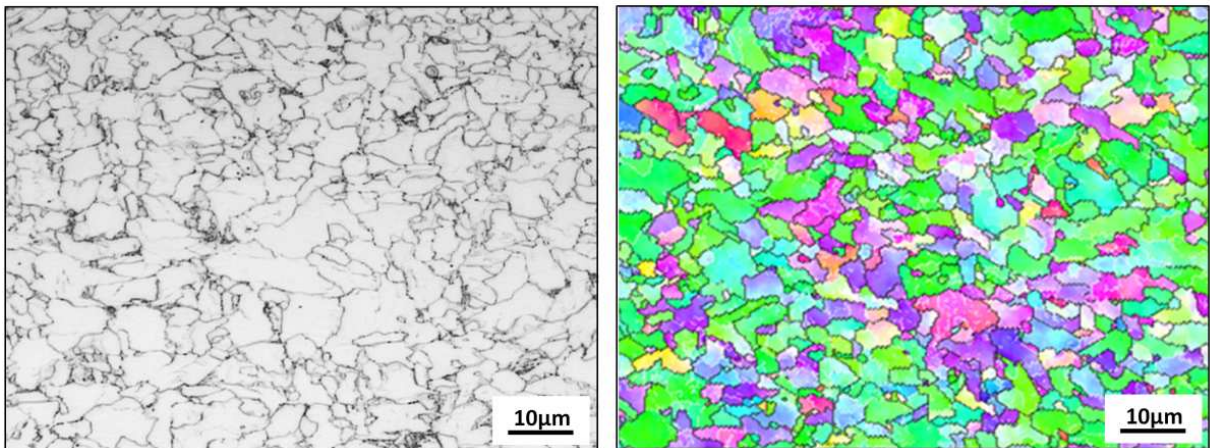


Abb. 4.1: Gefüge des ZStE500 im Querschliff des Ausgangszustands: geätzte lichtmikroskopische Aufnahme (links) und IPF-Darstellung der EBSD-Messung (rechts)

#### ZStE340

Der ZStE340 (H320LA) weist ebenfalls ein globulares Gefüge mit einer ferritischen Matrix auf, die im Vergleich zum ZStE500 durch weniger  $\text{Fe}_3\text{C}$ -Ausscheidungen an den Korngrenzen gekennzeichnet ist (Abb. 4.2, links). Das Gefüge besitzt mit einer mittleren Korngröße von  $16\text{ }\mu\text{m}$  (lichtmikroskopisch bestimmt) bzw.  $14\text{ }\mu\text{m}$  (EBSD-Messungen) größere Körner als der ZStE500. Der Anteil an GWKG liegt bei 73 %.



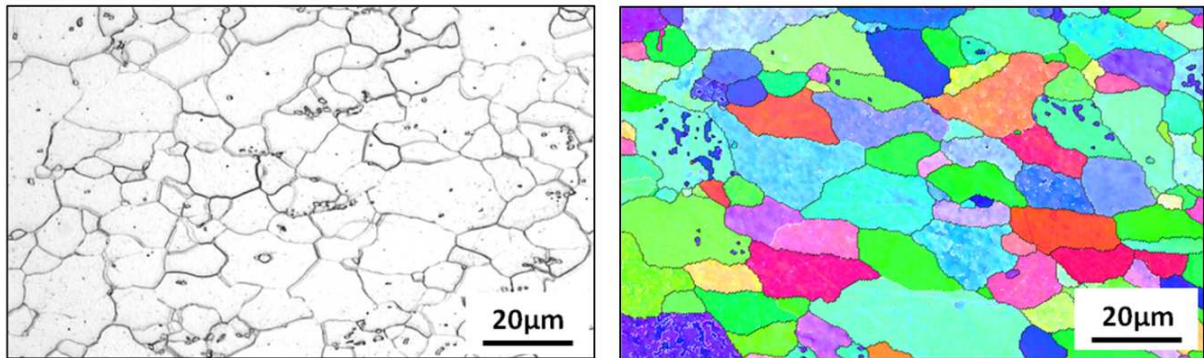


Abb. 4.2: Gefüge des ZStE340 im Querschliff des Ausgangszustands: geätzte lichtmikroskopische Aufnahme (links) und IPF-Darstellung der EBSD-Messung (rechts)

## DD11

Der warmgewalzte unlegierte Baustahl DD11 besitzt ein ferritisch-perlitisches Gefüge (Abb. 4.3). Der gemittelte Perlit-Anteil wurde zu 15 % bestimmt. Die lichtmikroskopisch gemessene mittlere Korngröße der ferritischen Matrix beträgt  $16\text{ }\mu\text{m}$ . EBSD-Messungen des Ausgangsmaterials zeigen, dass durch den Warmwalzprozess der Anteil an KWKG mit 18 % sehr gering ist und die gemessene mittlere Korngröße mit der lichtmikroskopischen Auswertung von  $16\text{ }\mu\text{m}$  übereinstimmt.

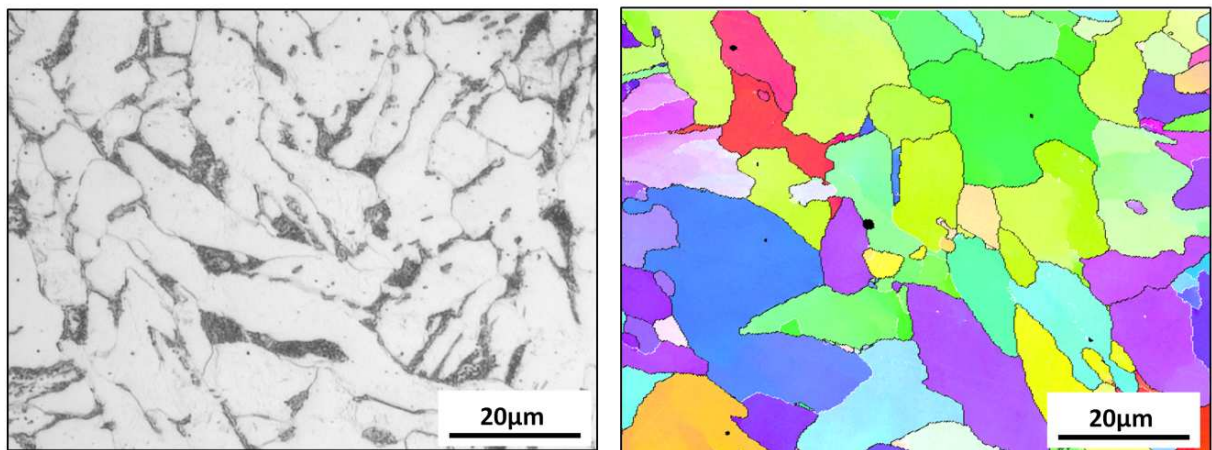


Abb. 4.3: Gefüge des DD11 im Querschliff des Ausgangszustands: geätzte lichtmikroskopische Aufnahme (links) und IPF-Darstellung der EBSD-Messung (rechts)

## 1.4016

Das Gefüge des rost- und säurebeständigen Stahls 1.4016 weist eine ferritische Matrix mit Ansammlungen von Karbidausscheidungen in Seigerungszeilen auf (Abb. 4.4, links). Bedingt durch die Seigerungszeilen im angeätzten Schliffbild konnte die mittlere Korngröße lichtmikroskopisch nicht ausreichend genau bestimmt werden und wur-

de daher nur anhand der EBSD-Messungen ausgewertet. Die Ergebnisse liefern eine Korngröße von  $14\ \mu\text{m}$ , der Anteil an GWKG beträgt 64 %.

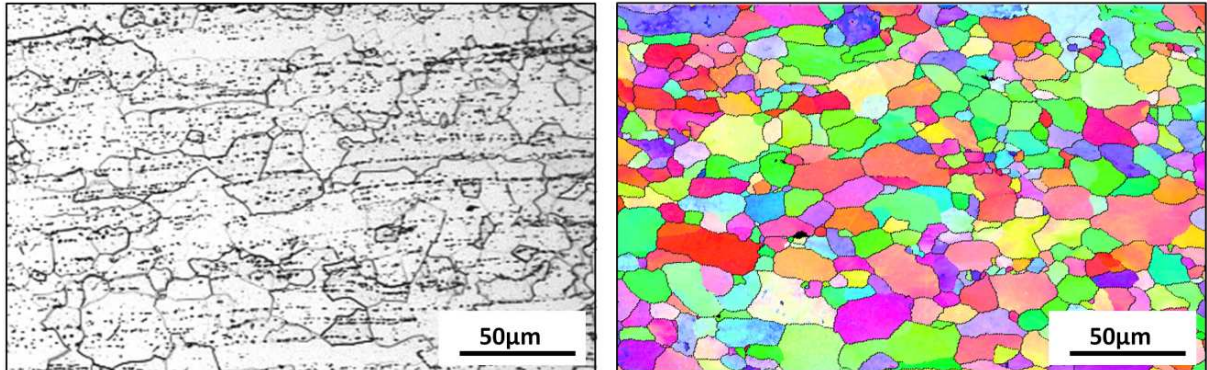


Abb. 4.4: Gefüge des 1.4016 im Querschliff des Ausgangszustands: geätzte lichtmikroskopische Aufnahme (links) und IPF-Darstellung der EBSD-Messung (rechts)

In Tabelle 4.1 sind für alle verwendeten Stähle die mithilfe der EBSD-Messungen bestimmten mittleren Korngrößen sowie die Anteile an Großwinkelkorngrößen (GWKG) im Überblick dargestellt.

Tabelle 4.1: Mittlere Korngrößen und Anteile an GWKG der verwendeten Stähle

|                                      | ZStE500 | ZStE340 | DD11 | 1.4016 |
|--------------------------------------|---------|---------|------|--------|
| Mittlere Korngröße [ $\mu\text{m}$ ] | 4       | 14      | 16   | 14     |
| Anteil GWKG [%]                      | 66      | 73      | 82   | 64     |

## 4.2 Gefügeentwicklung in der Prozesszone von Spaltprofilen

Für die Untersuchungen hinsichtlich der Gefügeentwicklung in der Prozesszone wurden in den Spaltprofilen des ZStE500 Längsschliffe entlang des Spaltgrunds zwischen den einzelnen Spaltgerüsten bzw. Stichen betrachtet (Abb. 4.5, oben). Hierfür wurden Profilstücke nach Stich 2, 3, 4 und 5 herangezogen. In den Längsschliffen der Profilstücke wurden EBSD-Messungen in einem Abstand von  $50\ \mu\text{m}$  bis  $450\ \mu\text{m}$  zum Spaltgrund durchgeführt. Da die Höhe der Messfenster  $30\ \mu\text{m}$  betrug, konnte durch die EBSD-Messung in  $50\ \mu\text{m}$  Tiefe ein Gefügebereich zwischen  $35$  und  $65\ \mu\text{m}$  Abstand zum Spaltgrund gemessen werden (Abb. 4.5, unten). Eine analoge Betrachtung gilt für die EBSD-Messung in  $150\ \mu\text{m}$  Tiefe, durch deren Messfensterhöhe von  $30\ \mu\text{m}$  der Gefügebereich zwischen  $135$ – $165\ \mu\text{m}$  Abstand zum Spaltgrund gemessen wird.

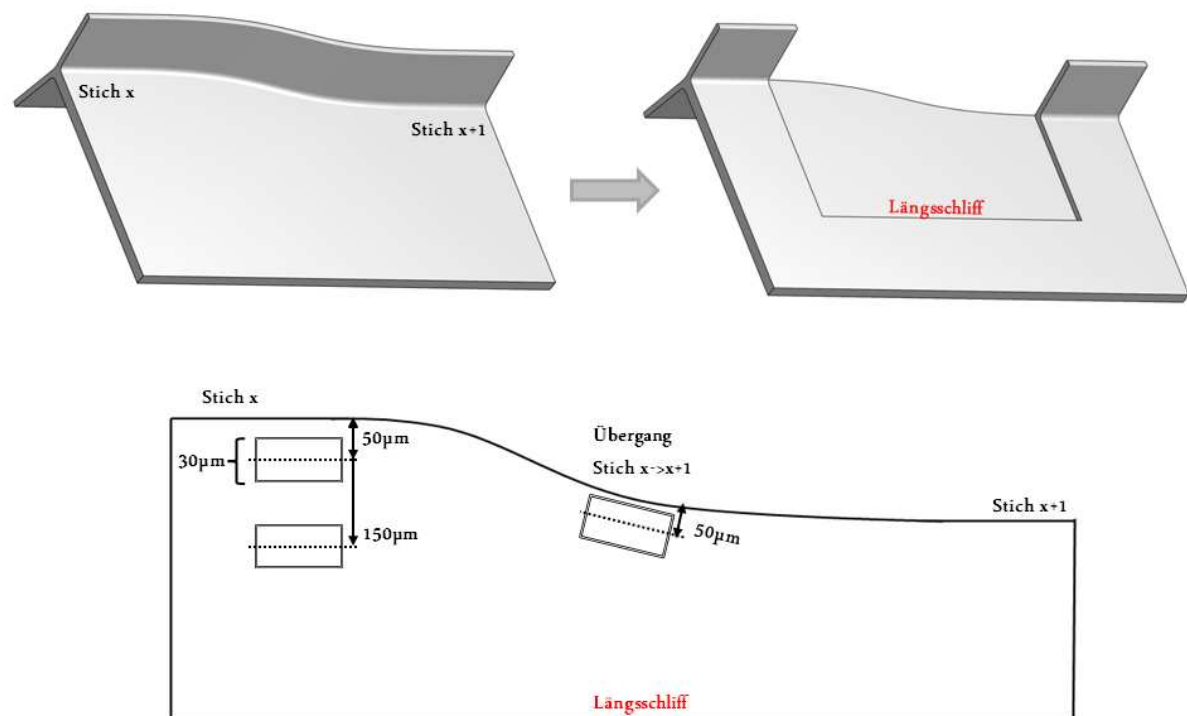


Abb. 4.5: Schematische Darstellung eines Spaltprofils zwischen Stich x und Stich x+1 sowie die Darstellung des Längsschliffes entlang des Spaltgrunds (oben), EBSD-Messpositionen innerhalb des Längsschliffes (unten)

Die EBSD-Messung nach Stich 2 in einer Tiefe von  $50\text{ }\mu\text{m}$  zeigt, dass innerhalb des Messbereiches ein Gefügegradient vorliegt (Abb. 4.6, links oben). Im oberen Teil des Messfensters liegt ein UFG-Gefüge vor, das bis in eine Tiefe von ca.  $40\text{ }\mu\text{m}$  reicht und Richtung Unterseite des Messfensters in ein klassisch kaltverfestigtes Gefüge übergeht. Die quantitative Auswertung des ausgebildeten UFG-Gefüges liefert einen Kornstreckungsgrad  $a = 3,8$ , eine effektive Korngröße  $d_{\text{eff}} = 0,48\text{ }\mu\text{m}$  und eine Pancake-Dicke  $d_{\text{min}} = 0,27\text{ }\mu\text{m}$ . Der Anteil an Großwinkelkornengrenzen beträgt 57 % und die Kornengrenzdicke erreicht einen Wert von  $8,4\text{ }\mu\text{m}^{-1}$ . Die EBSD-Messung in  $150\text{ }\mu\text{m}$  zeigt im gesamten Messbereich ein homogenes und klassisch kaltverfestigtes Gefüge (Abb. 4.6, rechts oben).

Die Gefügebetrachtung zwischen den Stichen 2 und 3, d. h. im Bereich des Spaltwalzeneingriffs (siehe Übergang Stich  $x \rightarrow x+1$ , Abb. 4.5 unten), ergab eine zunehmende Kornfeinung ausgehend von der Profiloberseite. Das UFG-Gefüge besitzt in gleicher Messtiefe ( $50\text{ }\mu\text{m}$ ) feinere Kornabmessungen, einen höheren Kornstreckungsgrad und einen höheren Anteil an Großwinkelkornengrenzen als in Stich 2 und erreicht eine Tiefe von  $50\text{ }\mu\text{m}$  (siehe Abb. 4.6, Mitte).

Die EBSD-Messung nach Stich 3 zeigt in einer Messtiefe von  $50\text{ }\mu\text{m}$  ein über den gesamten Messbereich homogenes UFG-Gefüge (Abb. 4.6, unten links), das insgesamt nun bis in eine Tiefe von  $200\text{ }\mu\text{m}$  reicht und nochmals feinere Kornabmessungen besitzt im Vergleich zu dem UFG-Gefüge nach Stich 2 und Stich 2–3. Auch in einer Messtiefe von  $150\text{ }\mu\text{m}$  ist die zunehmende Kornfeinung gegenüber Stich 2 zu erkennen (Abb. 4.6, unten rechts).



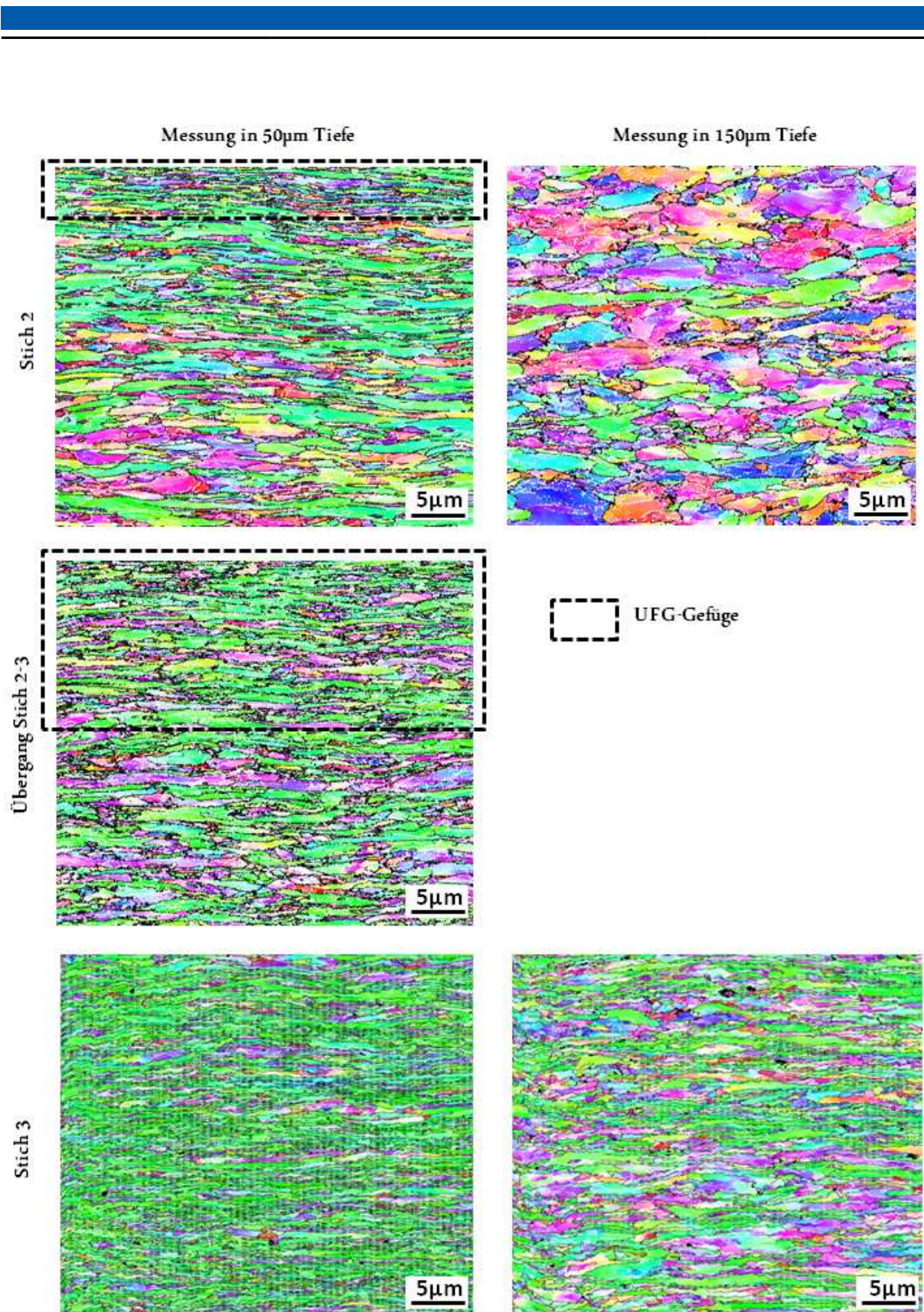


Abb. 4.6: Gefüge in Längsschliffen des Spaltgrunds von Spaltprofilen aus ZStE500 nach Stich 2, zwischen Stich 2 und 3 und nach Stich 3 (Messungen in 50 µm und 150 µm Tiefe)

Nach Stich 5 reicht das UFG-Gefüge bis in eine Tiefe von  $350\text{ }\mu\text{m}$  und besitzt die Gefügeabmessungen und Korngrenzanteile bzw. die Korngrenzichte, wie sie in Spaltprofilen nach Stich 10 üblicherweise vorliegen. Die Tiefenreichweite des UFG-Gefüges nimmt nach Stich 5 nicht weiter zu, ebenso die Kornfeinung in die Tiefenrichtung ist nach dieser Spalttiefe abgeschlossen. In Abb. 4.7 sind die Gefügeparameter und die Tiefenreichweite des UFG-Gefüges nach den jeweiligen Stichen im Überblick zusammengefasst.

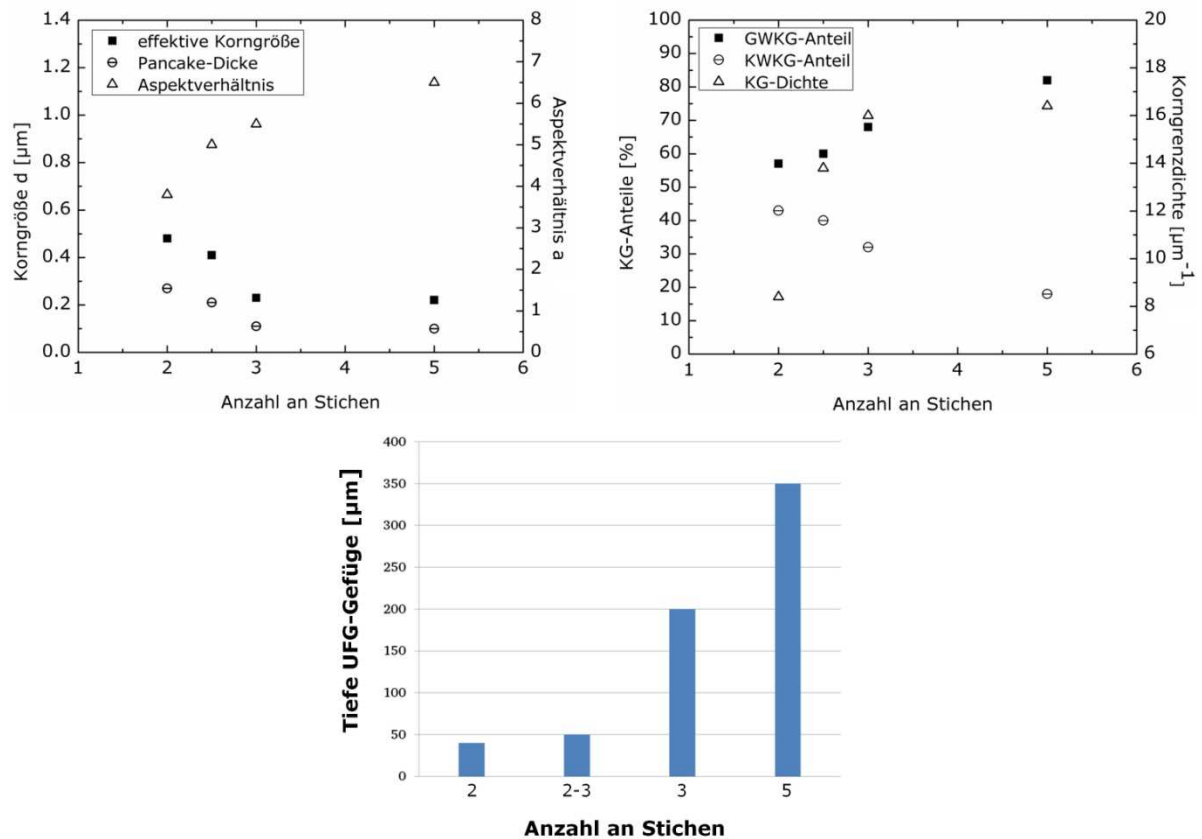


Abb. 4.7: Entwicklung von Korngrößen, Aspektverhältnis und Korngrenzanteilen in der Prozesszone der Spaltprofile aus ZStE500 (oben) sowie die Tiefenreichweite des UFG-Gefüges in Abhängigkeit der Stichanzahl (unten)

Für eine genauere Betrachtung der Subkornstruktur wurden zusätzlich zu den bisher definierten Fehlerorientierungen für Kleinwinkelkorngrenzen ( $2\text{--}5^\circ$ ) und Großwinkelkorngrenzen ( $>5^\circ$ ) auch noch Korngrenzen mit einer Fehlerorientierung zwischen  $5\text{--}15^\circ$  definiert, die in den Orientierungskarten der EBSD-Messungen als rote Linien dargestellt werden.

Eine separate quantitative Auswertung des oberen und unteren Messfensterbereiches der EBSD-Messung nach Stich 2 (Messung in  $50\text{ }\mu\text{m}$  Tiefe) zeigt, dass innerhalb des Messbereiches Unterschiede in der Subkornstruktur auftreten (Abb. 4.8). Das im oberflächennahen Bereich bereits ausgebildete UFG-Gefüge besitzt 53,6 % Großwinkel-



korngrenzen, zudem aber auch einen erhöhten Anteil an Subkorngrenzen mit einer Fehlorientierung zwischen 2–5° (oberer Ausschnitt des Messfensters). Mit zunehmendem Abstand zur Flanschoberseite nimmt der Anteil an Großwinkelkorngrenzen ab und das klassisch kaltverfestigte Gefüge besitzt eine ausgeprägte Subkornstruktur aus Korngrenzen mit vorwiegend geringen Fehlorientierungen von 2–5° (unterer Ausschnitt des Messfensters).

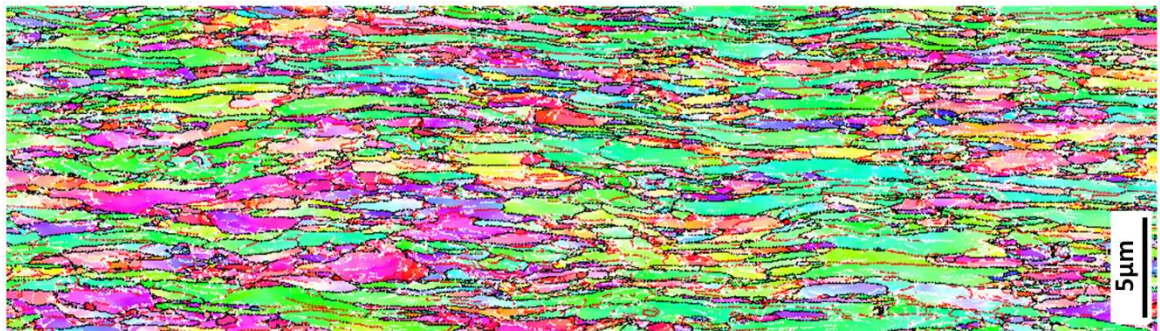
Für Stich 3 liefert eine separate Auswertung des oberen und unteren Messfensterbereiches in der gleichen Messtiefe von 50  $\mu\text{m}$  (siehe Abb. 4.6, links unten) keinen Unterschied in den Korngrenzanteilen. Über den gesamten gemessenen Probenbereich liegt ein UFG-Gefüge mit einem Anteil an Großwinkelkorngrenzen von 68 % und einer Subkornstruktur vor, die aus nahezu gleichen Anteilen von Korngrenzen mit Fehlorientierungen zwischen 2–5° (Anteil=18 %) und 5–15° (Anteil=14 %) besteht.

Oberer Ausschnitt des Messfensters:



| Fehlorientierung | 2-5° | 5-15° | >15°    |
|------------------|------|-------|---------|
| Farbdarstellung  | weiß | rot   | schwarz |
| Anteile [%]      | 27,1 | 19,3  | 53,6    |

Unterer Ausschnitt des Messfensters:



| Fehlorientierung | 2-5° | 5-15° | >15°    |
|------------------|------|-------|---------|
| Farbdarstellung  | weiß | rot   | schwarz |
| Anteile [%]      | 33,3 | 20,3  | 46,4    |

Abb. 4.8: Quantitative Auswertung der Korngrenzen mit verschiedenen Fehlorientierungen innerhalb des Messbereiches des Spaltprofils aus ZStE500 (Stich 2, Messung in 50  $\mu\text{m}$  Tiefe)

### 4.3 Gefüge in Spaltprofilen

Die qualitativen sowie die quantitativen Gefügeanalysen erfolgten an Spaltprofilen der Stähle ZStE500, ZStE340 und des rost- und säurebeständigen Stahls 1.4016. Im Folgenden wird die charakteristische Gefügeausprägung der Spaltprofile aus ZStE500 und 1.4016 dargestellt, die ebenso für die Spaltprofile aus ZStE340 gemessen wurde und dem Anhang zu entnehmen ist (siehe Anhang Abb. A.1 und A.2).

#### 4.3.1 Ausgangszustand

Die EBSD-Messungen im Querschliff der Spaltprofile des ZStE500 und des 1.4016 zeigen ein ultrafeinkörniges (UFG) Gefüge mit maximalen Kornabmessungen parallel (z-Richtung) und minimalen Kornabmessungen senkrecht (y-Richtung) zur gespaltenen Oberfläche (Abb. 4.9). Mit zunehmendem Abstand zur gespaltenen Oberfläche nimmt der Kornstreckungsgrad ab und die Kornform nähert sich gleichachsigeren Strukturen an. Die EBSD-Messung in 25  $\mu\text{m}$  Tiefe des Flansches aus 1.4016 zeigt deutlich die harten Karbidausscheidungen (schwarzen Bereiche), die in die gestreckten UFG-Körner eingelagert vorliegen.

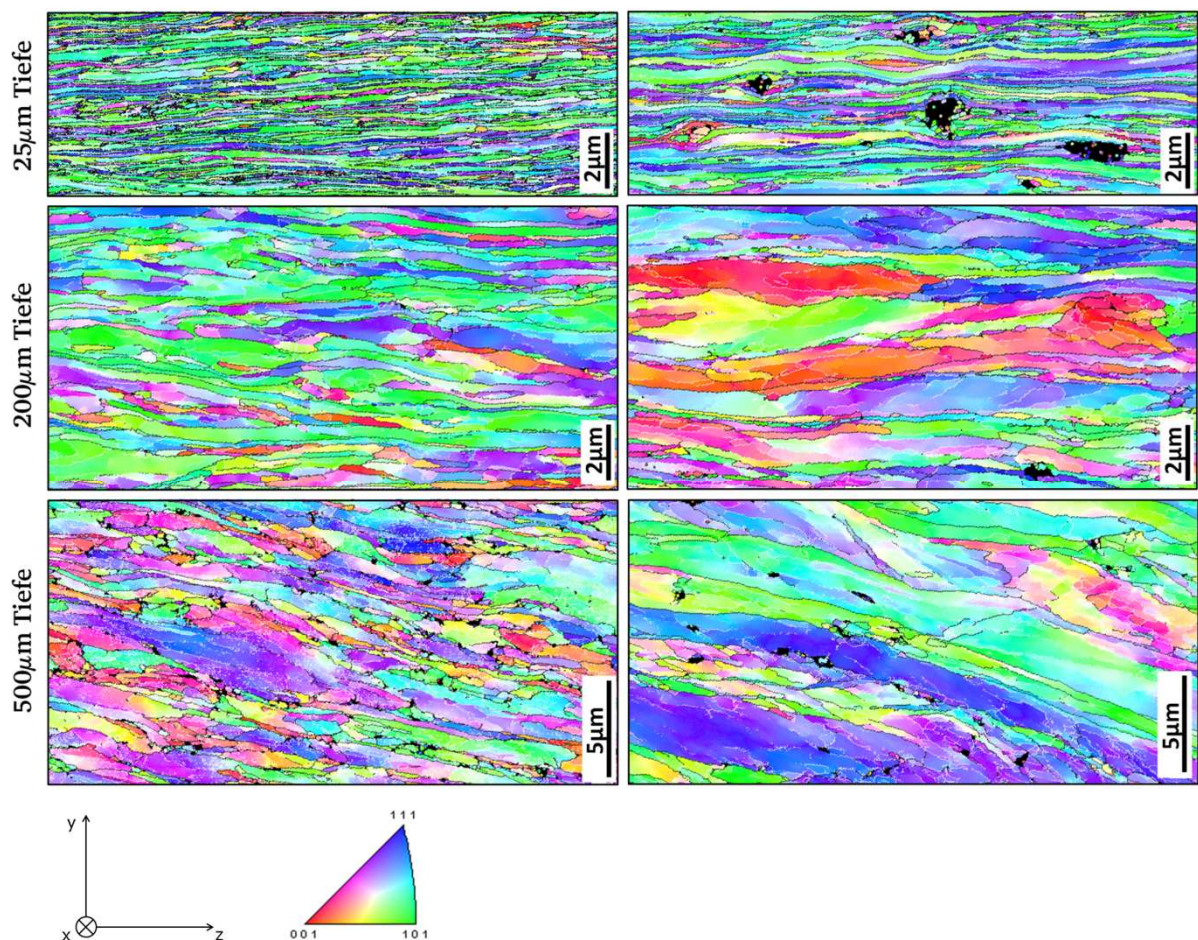


Abb. 4.9: Gefüge im Querschliff der Flansche senkrecht zur Flanschoberseite in verschiedenen Tiefen (IPF-Darstellung) im ZStE500 (links) und im 1.4016 (rechts)



Unmittelbar an der Flanschoberseite, in einer Tiefe von  $25\text{ }\mu\text{m}$ , erreicht das UFG-Gefüge im ZStE500 einen Kornstreckungsgrad (Aspektverhältnis  $a$ ) von 7, im rost- und säurebeständigen 1.4016 liegt der maximale Werte bei 9,5. Mit zunehmendem Abstand zur gespaltenen Flanschoberseite nimmt der Streckungsgrad ab, bis er an der Flanschunterseite 3 beträgt. Die gemessene effektive Korngröße liegt in beiden Spaltprofilen an der Flanschoberseite unter  $300\text{ nm}$  und steigt Richtung Flanschunterseite nahezu linear an. Die Pancake-Dicke (Korndicke in y-Richtung) zeigt die gleiche Entwicklung wie die effektive Korngröße und somit einen linearen Anstieg senkrecht zur Flanschoberseite (Abb. 4.10).

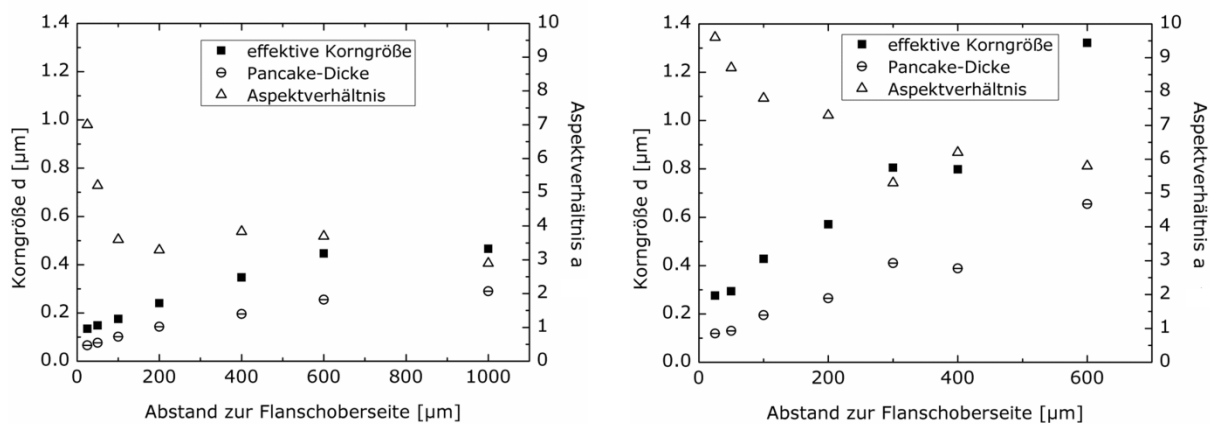


Abb. 4.10: Aspektverhältnisse und Korngrößen senkrecht zur Flanschoberseite in verschiedenen Tiefen im ZStE500 (links) und im 1.4016 (rechts)

Im Vergleich besitzen die Flanschoberseiten des ZStE500 und des 1.4016 in etwa gleich dicke Pancakes, die Kornstreckung erreicht allerdings im Spaltprofil des 1.4016 höhere Werte, sodass die effektive Korngröße des UFG-Gefüges des 1.4016 über der des ZStE500 liegt. Senkrecht zur gespaltenen Oberfläche besitzt der Gefügegradient des ZStE500 generell feinere Gefügeabmessungen bei geringeren Kornstreckungsgraden als der Flansch des 1.4016.

Die quantitative Auswertung der Korngrenzanteile und Korngrenzichten zeigt, dass diese senkrecht zur Flanschoberseite stetig abnehmen (Abb. 4.11). Die Großwinkelkorngrenzanteile betragen an der Flanschoberseite des ZStE500 85 % bzw. 69 % an der Flanschoberseite des 1.4016. Mit größer werdendem Abstand zur gespaltenen Oberfläche nimmt der Anteil an Kleinwinkelkorngrenzen innerhalb der Körner zu, die eine Subkornstruktur ausbilden und das UFG-Gefüge der Flanschoberseite Richtung Flanschunterseite kontinuierlich in ein klassisch kaltverfestigtes Gefüge übergeht (Abb. 4.9).

Nach der Definition von [Val06] reicht das UFG-Gefüge im ZStE500 bis in eine Tiefe von  $400\text{ }\mu\text{m}$ , im rost- und säurebeständigen Stahl 1.4016 bis in eine Tiefe von  $200\text{ }\mu\text{m}$ .

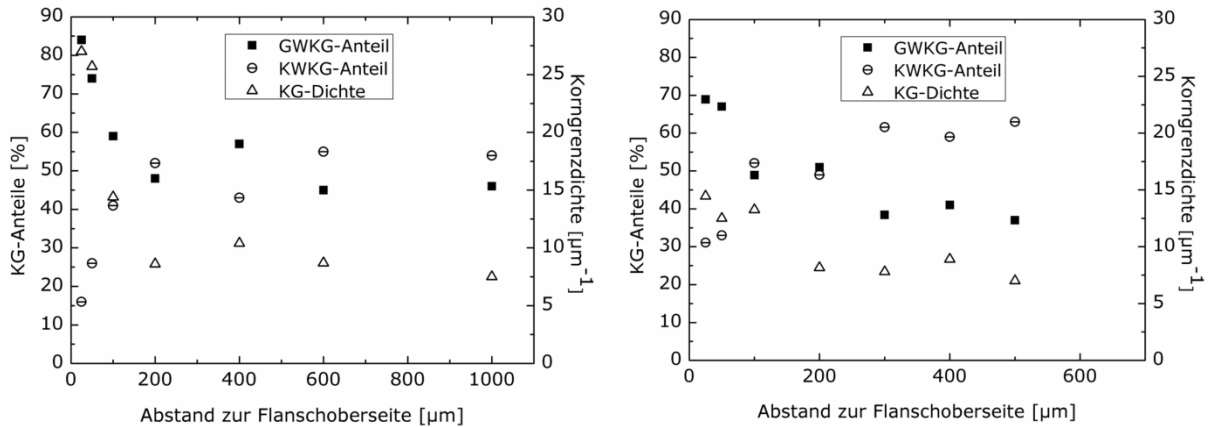


Abb. 4.11: Korngrenzanteile und -dichten senkrecht zur Flanschoberseite in verschiedenen Tiefen im ZStE500 (links) und im 1.4016 (rechts)

#### 4.3.2 Einfluss von Wärmebehandlungen

Der Einfluss einer Wärmebehandlung auf das Gefüge wurde an Spaltprofilen des ZStE500 untersucht, die bei 300 °C und 450 °C für 1 h gegläht wurden. Analog zu den Profilen im Ausgangszustand wurden EBSD-Messungen im Querschliff des Flansches in verschiedenen Tiefen durchgeführt (Abb. 4.12).

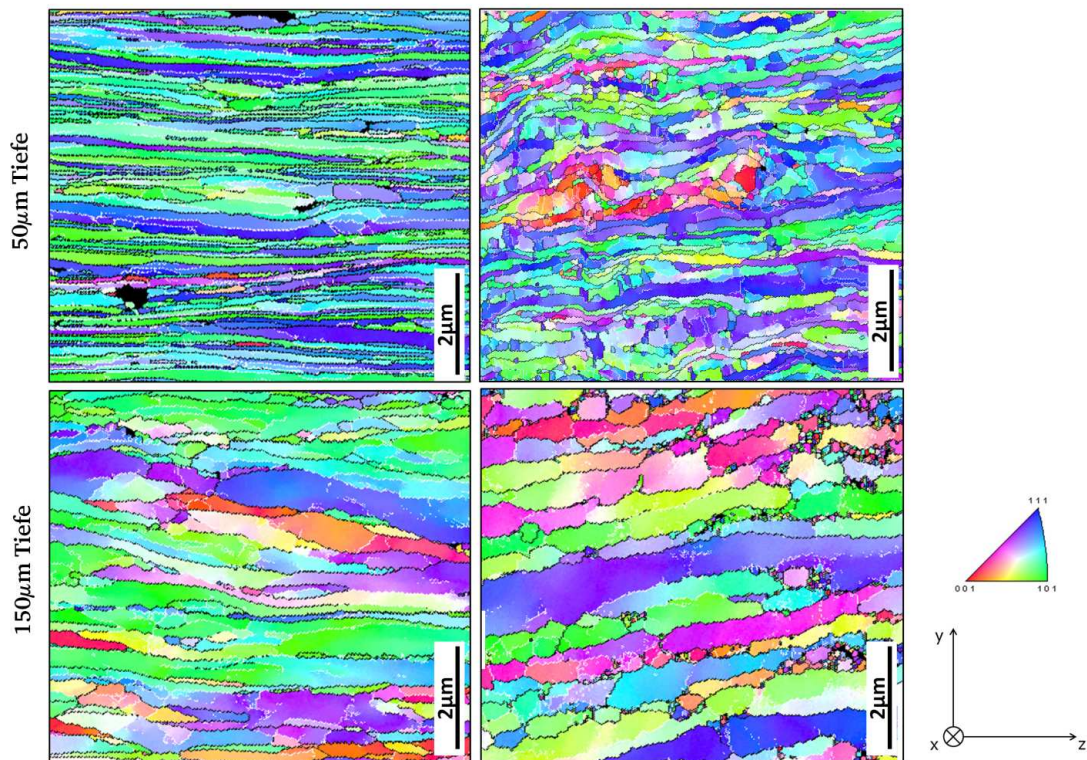


Abb. 4.12: Gefüge im Querschliff des Flansches aus ZStE500 senkrecht zur Flanschoberseite in verschiedenen Tiefen (IPF-Darstellung) im unbehandelten Zustand (links) und im wärmebehandelten Zustand nach 1h bei 450 °C (rechts)

Die Untersuchungen der Profile nach einer Wärmebehandlung von 300 °C ergaben keine Veränderungen im Gefüge der Flansche, wie es ebenfalls von [Bru11] in vorangegangenen Arbeiten dargestellt wurde. Die IPF-Darstellungen der EBSD-Messungen nach einer Wärmebehandlung von 450 °C zeigen, dass durch die Wärmebehandlung die gestreckten Körner des UFG-Gefüges segmentieren und der Kornstreckungsgrad abnimmt. Dieser Effekt ist vor allem an der Flanschoberseite zu beobachten, der mit zunehmendem Abstand zur gespaltenen Oberfläche weniger stark ausgeprägt auftritt. In einer Tiefe von 50  $\mu\text{m}$  wird der Kornstreckungsgrad (Aspektverhältnis  $a$ ) von 7 auf 3,5 reduziert (Abb. 4.13, links).

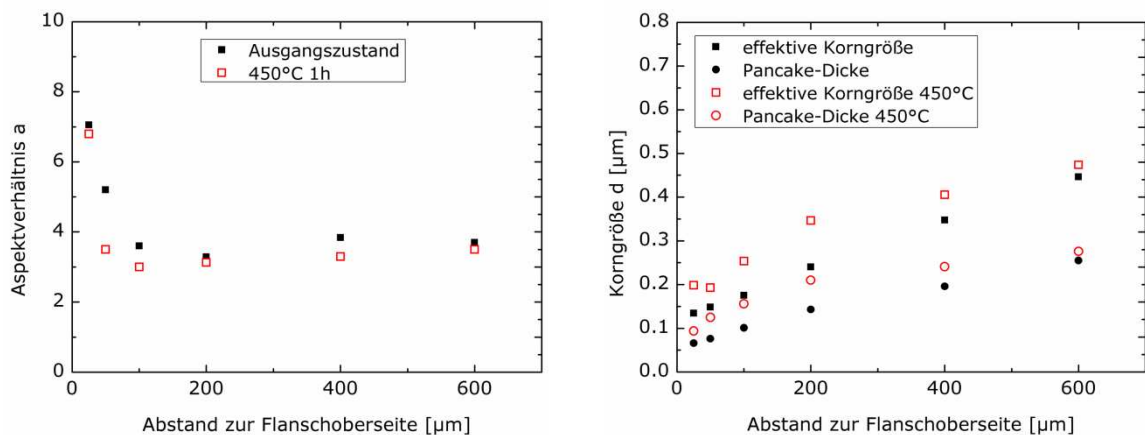


Abb. 4.13: Aspektverhältnis und Korngrößen senkrecht zur Flanschoberseite des ZStE500 in verschiedenen Tiefen im Ausgangszustand und im wärmebehandelten Zustand

Durch die Wärmebehandlung bleibt zwar der Gradient in der effektiven Korngröße und der Pancake-Dicke senkrecht zur Flanschoberseite erhalten, jedoch nehmen die Korngrößen im Vergleich zu denen des Ausgangszustandes zu (Abb. 4.13, rechts). Demnach tritt durch eine Wärmebehandlung bei 450 °C für 1h leichtes Kornwachstum über die gesamte Flanschkörnung auf, wobei das gestreckte UFG-Gefüge segmentiert und eine gleichachsiger Kornform annimmt.

#### 4.4 Gefüge in Spaltbiegeprofilen aus DD11

Das Gefüge in **Spaltbiegeprofilen** aus DD11 wurde anhand von EBSD-Messungen in Querschliffen des gedünnten Bereiches, des Spaltgrunds und des neu ausgeformten Flansches untersucht. Die Messungen in den verschiedenen Profilbereichen führen zu dem Ergebnis, dass durch den Spaltbiegeprozess an der Profiloberfläche ein stark gestrecktes UFG-Gefüge erzeugt wird, das Richtung Profilunterseite immer mehr in ein kaltverfestigtes und gleichachsigeres Gefüge übergeht (Abb. 4.14). Somit erstreckt sich senkrecht zur gespaltenen Oberfläche ein Gefügegradient, wie er bereits in den Spaltprofilen aus ZStE500 gezeigt wurde.

Ein Vergleich der effektiven Korngrößen in den verschiedenen Bereichen des Spaltbiegeprofils ergibt, dass die Prozess-Asymmetrie des Spaltbiegens nur zu geringfügigen Unterschieden im Gefüge führt (Abb. 4.15). Der entstandene Gefügegradient besitzt



im gedünnten Bereich ab einer Tiefe von  $300\text{ }\mu\text{m}$  feinere Korngrößenabmessungen als der Flansch, was anhand der abweichenden Steigungen der Ausgleichsgeraden deutlich wird. Die Korngrößen des Spaltgrundes liegen ab dieser Tiefe zwischen denen des gedünnten Bereiches und des Flansches. Ab einer Tiefe von  $300\text{ }\mu\text{m}$  liegt demnach kein konstantes Gefüge parallel zur gespaltenen Oberfläche vor.

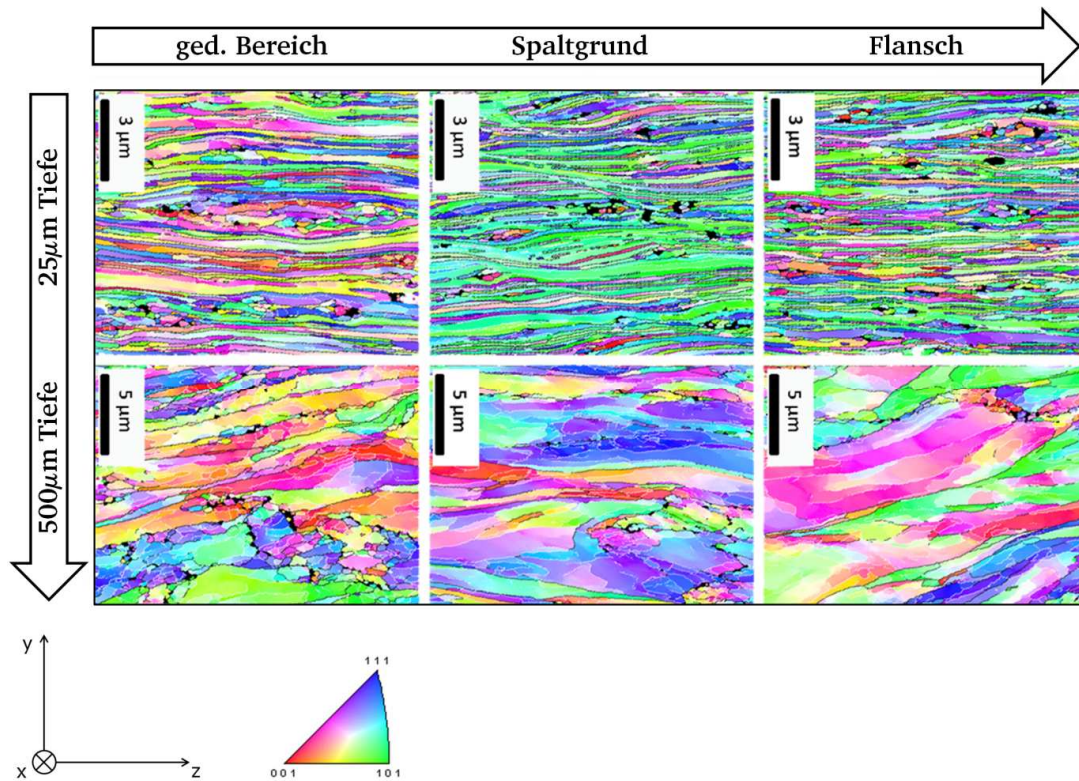


Abb. 4.14: Gefüge im Querschnitt des gedünnten Bereiches, des Spaltgrundes und des Flansches in verschiedenen Tiefen (IPF-Darstellung) des Spaltbiegeprofils aus DD11

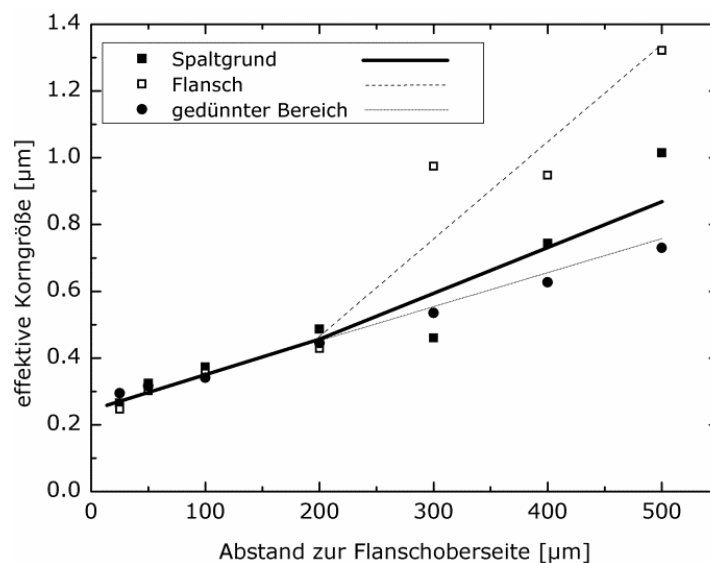


Abb. 4.15: Effektive Korngrößen in den verschiedenen Profilbereichen des Spaltbiegeprofils aus DD11

Die quantitative Auswertung der EBSD-Messungen in Tiefenrichtung des gedünnten Bereiches ergibt an der gespaltenen Oberfläche ( $25\text{ }\mu\text{m}$  Tiefe) eine Kornstreckung (Aspektverhältnis  $a$ ) des UFG-Gefüges von 8. Mit zunehmendem Abstand zur gespaltenen Flanschoberseite nimmt der Kornstreckungsgrad ab und beträgt an der Unterseite des gedünnten Bereiches 4 (Abb. 4.16, links). Die effektive Korngröße des UFG-Gefüges erreicht an der Oberseite einen Wert von  $0,29\text{ }\mu\text{m}$  und nimmt mit größer werdendem Abstand zur Oberseite stetig zu. Die Pancake-Dicke (Korndicke in y-Richtung) zeigt die gleiche Entwicklung wie die effektive Korngröße und somit einen linearen Anstieg senkrecht zur gespaltenen Oberseite.

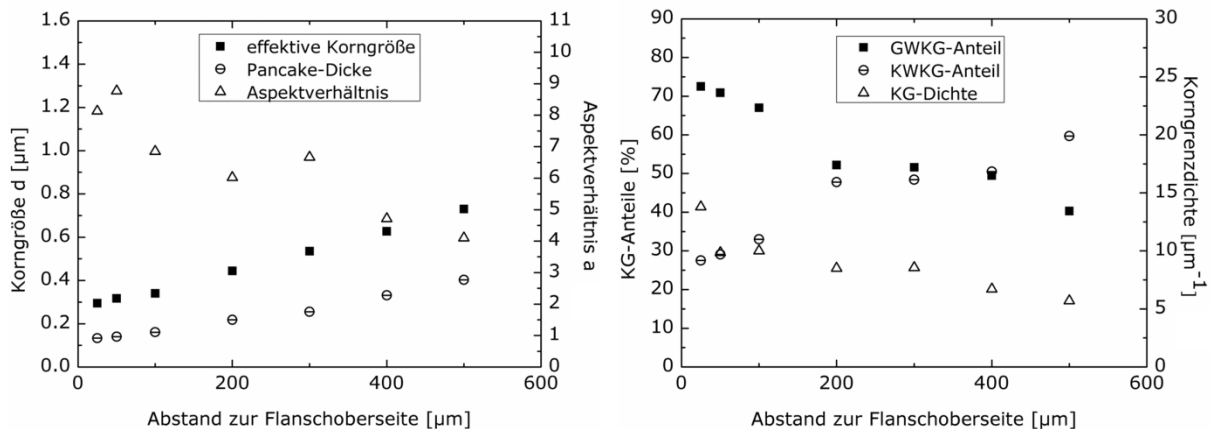


Abb. 4.16: Korngrößen, Aspektverhältnisse sowie Korngrenzanteile im gedünnten Bereich des Spaltbiegeprofils aus DD11

Der Anteil an Großwinkelkorngrenzen beträgt an der gespaltenen Oberfläche des DD11 72 % und nimmt, ebenso wie die Korngrenzdichte, im senkrechten Verlauf Richtung Profilunterseite ab (Abb. 4.16, rechts). Der Anteil an Kleinwinkelkorngrenzen nimmt gegenläufig zu und das UFG-Gefüge der Flanschoberseite geht Richtung Flanschunterseite kontinuierlich in ein klassisch kaltverfestigtes Gefüge über. Die Auswertungen der Gefügeanalysen im Spaltgrund und im Flansch zeigen die gleichen Gefügecharakteristika wie der gedünnte Bereich und sind im Anhang dargestellt (siehe Anhang Abb. A.5).

Im Vergleich zu den Spaltprofilen aus ZStE500 weist der Gefügegradient in den verschiedenen Profilbereichen des Spaltbiegeprofils aus DD11 höhere effektive Korngrößen und einen geringeren Anteil an Großwinkelkorngrenzen bzw. Korngrenzdichten auf.

## 4.5 Gefüge in HPT-Proben aus ZStE500

### Umdrehung $n=0,25$

Die IPF Darstellungen im Querschliff der HPT-Probe aus ZStE500 mit einer viertel Umdrehung zeigen, dass mit zunehmendem Radius und zunehmender Dehnung eine Kornfeinung des Gefüges auftritt und somit ein Gefügegradient in radialer Richtung vorliegt (Abb. 4.17).

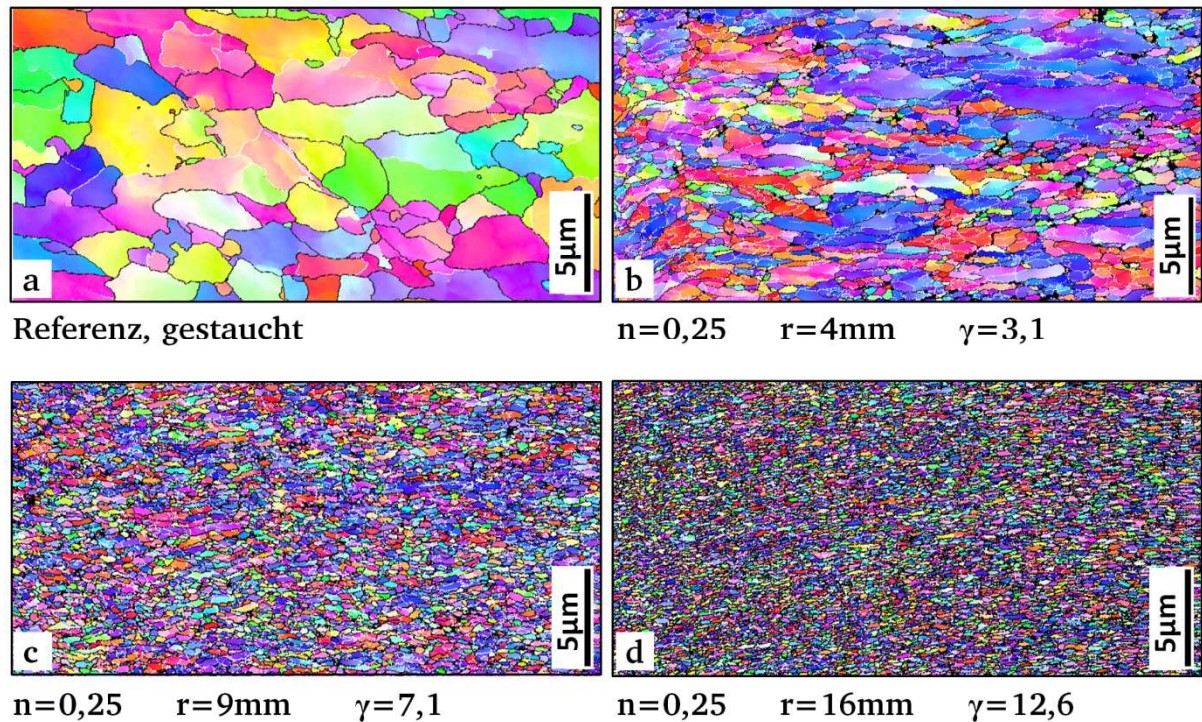


Abb. 4.17: Gefüge im Querschliff der HPT-Probe aus ZStE500 mit  $n=0,25$  an verschiedenen Radien (IPF-Darstellung)

Im Vergleich zum Referenzzustand (Bild a) besitzen die Körner bei einem Radius von 4 mm (Bild b) eine um eine Größenordnung geringere effektive Korngröße  $d_{\text{eff}}$  (Tabelle 4.2). Auffällig ist das inhomogene Gefüge, in dem neben feinen und segmentierten Bereichen noch Körner vorliegen, die trotz der Umformung nahezu denen des Referenzzustands entsprechen. Mit größer werdendem Abstand zur Probenmitte verfeinert das Gefüge zunehmend, sodass das kaltverfestigte Gefüge in der Probenmitte im Bereich zwischen einem Radius von  $r=4$  mm und  $r=9$  mm in ein homogenes UFG-Gefüge übergeht (Bild c). Im äußersten Bereich der HPT-Probe bei einem Radius von  $r=16$  mm (Bild d) erreicht das UFG-Gefüge eine effektive Korngröße von  $0,14 \mu\text{m}$ . Der Kornstreckungsgrad  $a$  des UFG-Gefüges bleibt mit einem Wert zwischen 2,8–2,5 nahezu konstant.

Im Vergleich zum Gefügegradient in radialer Richtung weist die HPT-Probe in Dickenrichtung ein homogenes Gefüge auf.



Tabelle 4.2: Effektive Korngröße, Aspektverhältnis und Korngrenzenentwicklung der HPT-Probe aus ZStE500 mit  $n=0,25$

| r [mm]    | $d_{\text{eff}}$ [ $\mu\text{m}$ ] | a   | Korngrenzdichte [ $\mu\text{m}^{-1}$ ] | KWKG [%] | GWKG [%] |
|-----------|------------------------------------|-----|--|----------|----------|
| gestaucht | 1,88                               | 2,8 | 1,6                                    | 20,7     | 79,3     |
| 4         | 0,35                               | 3,1 | 9,3                                    | 51,8     | 48,2     |
| 9         | 0,17                               | 2,3 | 13,0                                   | 30,6     | 69,4     |
| 16        | 0,14                               | 2,5 | 18,1                                   | 11,8     | 88,2     |

Die Auswertungen der Korngrenzdichten zeigen, dass diese mit zunehmender Scher-  
dehnung ansteigen und dabei der Anteil an Großwinkelkorngrenzen zunimmt. Im Be-  
reich der höchsten Scherdehnung ( $r=16$  mm, Bild d) erreicht die Korngrenzdichte  
einen Wert von  $18 \mu\text{m}^{-1}$  mit einem Anteil an Großwinkelkorngrenzen von 88 %. An-  
hand der Betrachtung des radialen Gefügegradienten und der quantitativen Korngren-  
zenentwicklung erfolgt die Kornfeinung ausgehend vom Probenrand, in den eine aus-  
reichend hohe Scherdehnung zur Entstehung des UFG-Gefüges eingebracht wird, das  
Richtung Probenmitte in ein klassisch kaltverfestigtes Gefüge übergeht.

Ergänzende EBSD-Messungen in den Längs- und Flachschnitten der Radien  $r=4$  mm  
und  $r=16$  mm ermöglichen eine 3D-Darstellung des Gefüges in der HPT Probe aus  
ZStE500 mit  $n=0,25$  (Abb. 4.18).

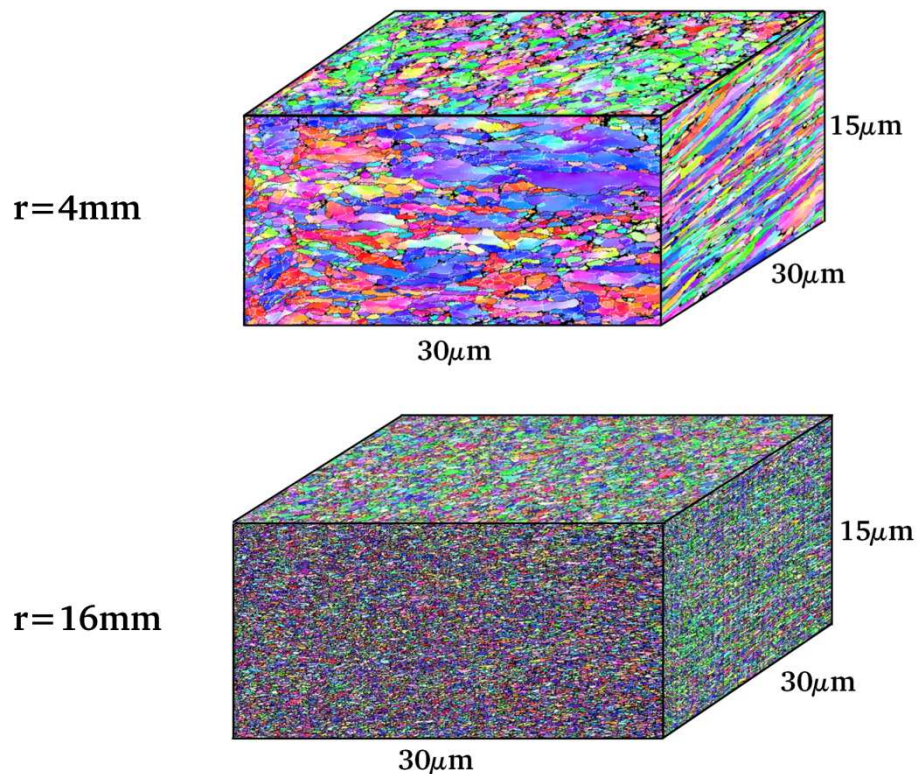


Abb. 4.18: 3D-Darstellung des Gefüges (IPF-Darstellung) der HPT-Probe mit  $n=0,25$  aus ZStE500 bei einem Radius von  $r=4$  mm (oben) und  $r=16$  mm (unten)



Es wird deutlich, dass bei einem Radius von  $r=4\text{ mm}$  entlang der drei Richtungen des Koordinatensystems ein Gefüge mit inhomogener Korngrößenverteilung und Kornstreckungsgraden vorliegt. So unterscheidet sich der Kornstreckungsgrad von 4,6 im Längsschliff deutlich von dem Kornstreckungsgrad von 2 parallel zur Probenoberfläche (Flachschliff). Mit zunehmendem Radius Richtung Probenrand ( $r=16\text{ mm}$ ) verfeinert das Gefüge in allen drei Richtungen, es liegt ein homogenes, gleichachsiges UFG-Gefüge vor.

### Umdrehung $n=0,5$

Die IPF-Darstellungen in den verschiedenen Radienbereichen des Querschliffs der HPT-Probe aus ZStE500 mit einer halben Umdrehung zeigen, dass das Gefüge ebenfalls einen Gradienten in radialer Richtung aufweist (Abb. 4.19)

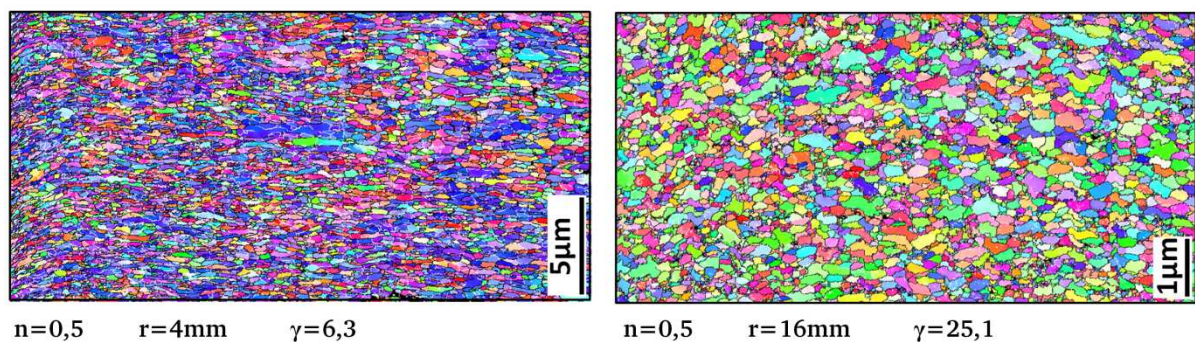


Abb. 4.19: Gefüge im Querschliff der HPT-Probe aus ZStE500 mit  $n=0,5$  an verschiedenen Radien (IPF-Darstellung)

Im Vergleich zu der Probe mit  $n=0,25$  ist das Gefüge der hier gezeigten HPT-Probe mit  $n=0,5$  bei gleichem Radius von  $r=4\text{ mm}$  (Abb. 4.19, links) feiner und weist eine effektive Korngröße von  $0,19\text{ }\mu\text{m}$  bei einem Anteil an GWKG von 76,4 % auf (Tabelle 4.3). Durch die höher eingebrachte Scherdehnung von 6,3 wird bereits nahe der Probenmitte bei  $r=4\text{ mm}$  ein UFG-Gefüge erzeugt, das mit zunehmendem Radius und somit zunehmender Scherdehnung feiner und gleichachsiger wird. Die effektive Korngröße erreicht im äußersten Probenbereich ( $r=16\text{ mm}$ , Abb. 4.19 rechts) einen Wert von  $90\text{ nm}$  mit einer extrem hohen Korngrenzichte von  $31\text{ }\mu\text{m}^{-1}$ .

Tabelle 4.3: Effektive Korngröße, Aspektverhältnis und Korngrenzenentwicklung der HPT-Probe aus ZStE500 mit  $n=0,5$

| $r\text{ [mm]}$ | $d_{\text{eff}}\text{ [}\mu\text{m]}$ | $a$ | Korngrenzichte $[\mu\text{m}^{-1}]$ | KWKG [%] | GWKG [%] |
|-----------------|---------------------------------------|-----|-------------------------------------|----------|----------|
| 4               | 0,19                                  | 2,6 | 13,0                                | 23,6     | 76,4     |
| 16              | 0,09                                  | 2,1 | 31,0                                | 16,2     | 83,8     |

Beide HPT-Proben besitzen einen Gefügegradienten in radialer Richtung, wohingegen die Gefüge in Dickenrichtung homogen sind. Die Probe mit  $n=0,5$  weist bei gleichen Radien durch die höheren eingebrachten Scherdehnungen feinere Gefüge auf als die Probe mit  $n=0,25$ . Die effektiven Korngrößen des UFG-Gefüges in den HPT-Proben betragen zwischen  $d_{\text{eff}}=0,09\text{--}0,17\ \mu\text{m}$  und liegen nahe der effektiven Korngröße des UFG-Gefüges an der Flanschoberseite der Spaltprofile aus ZStE500 ( $d_{\text{eff}}=0,13\ \mu\text{m}$ ).

#### 4.5.1 Einfluss von Wärmebehandlungen

Der Einfluss einer Wärmebehandlung auf das Gefüge der HPT-Proben aus ZStE500 wurde an Proben untersucht, die bei  $450\ ^\circ\text{C}$  für 1 h und somit identisch zum Flanschmaterial der Spaltprofile geglüht wurden. Analog zu den HPT-Proben im Ausgangszustand wurden EBSD-Messungen in den Querschliffen der geglühten Proben mit einer viertel und einer halben Umdrehung bei verschiedenen Radien durchgeführt. An der HPT-Probe mit  $n=0,25$  sind die IPF-Darstellungen des Ausgangs- und des wärmebehandelten Zustands bei einem Radius von  $r=4\ \text{mm}$  (Abb. 4.20, a und b) und einem Radius von  $r=16\ \text{mm}$  (Abb. 4.20, c und d) gegenübergestellt. Die Ergebnisse zeigen, dass durch die Wärmebehandlungen nur geringfügige Änderungen im Gefüge bzw. der Gefügeparameter auftreten.

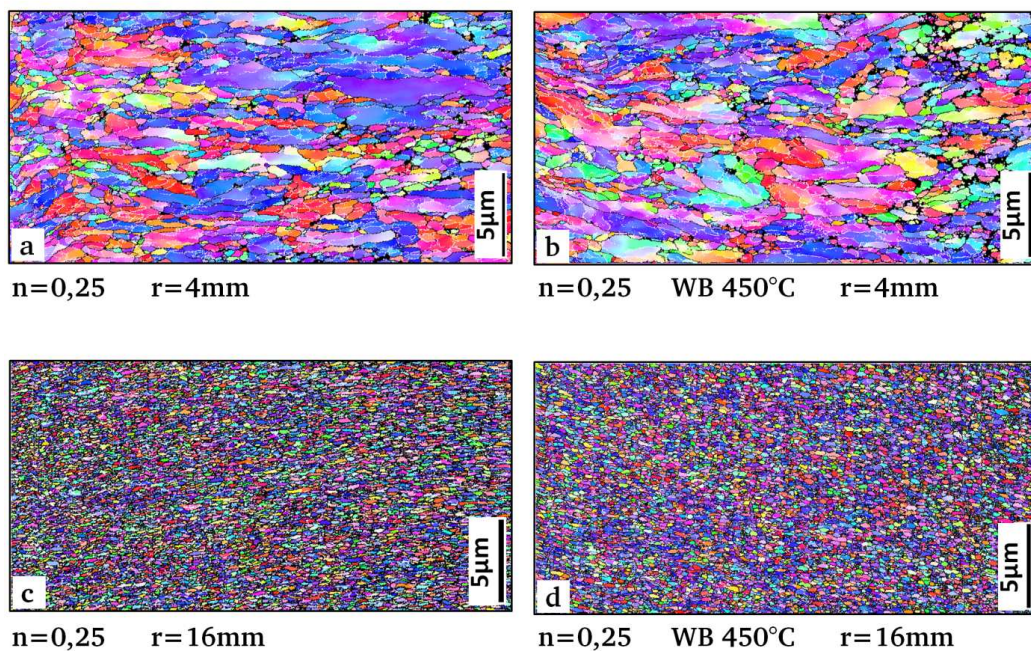


Abb. 4.20: Gefüge im Querschliff der HPT-Probe aus ZStE500 mit  $n=0,25$  im unbehandelten Ausgangszustand (linke Spalte) und im wärmebehandelten Zustand (rechte Spalte,  $450\ ^\circ\text{C}$  1h) bei einem Radius von  $r=4\ \text{mm}$  (oben) und  $r=16\ \text{mm}$  (unten) (IPF-Darstellungen)

Durch die Wärmebehandlung nimmt die effektive Korngröße bei  $r=4\ \text{mm}$  um 20 % bzw. bei  $r=16\ \text{mm}$  um 7 % ab und das Aspektverhältnis  $a$  wird geringfügig reduziert (Tabelle 4.4). Die Korngrenzdicke nimmt um bis zu 15 % zu, wobei der Anteil an KWKG größer wird. Das Gefüge im inneren Bereich der Probe ( $r=4\ \text{mm}$ ) zeigt durch

die Wärmebehandlung stärkere Tendenzen in der Korngrößenabnahme und in der Zunahme der Korngrenzichte als der äußere Probenbereich, der bereits im Ausgangszustand eine ausgeprägte UFG-Struktur aufweist.

Tabelle 4.4: Vergleich der Gefügeparameter der HPT-Probe aus ZStE500 mit  $n=0,25$  im unbehandelten und wärmebehandelten Zustand

| r [mm] |        | $d_{\text{eff}}$ [ $\mu\text{m}$ ] | a   | Korngrenzichte [ $\mu\text{m}^{-1}$ ] | KWKG [%] | GWKG [%] |
|--------|--------|------------------------------------|-----|---------------------------------------|----------|----------|
| 4      | unbeh. | 0,35                               | 3,1 | 9,3                                   | 51,8     | 48,2     |
|        | 450 °C | 0,28                               | 3,0 | 10,7                                  | 59,5     | 40,5     |
| 16     | unbeh. | 0,14                               | 2,5 | 18,1                                  | 11,8     | 88,2     |
|        | 450 °C | 0,13                               | 2,0 | 18,6                                  | 12,1     | 87,9     |

Die Wärmebehandlungen der HPT-Probe mit einer halben Umdrehung, die sowohl in dem Probenrand als auch in der Probenmitte ein UFG-Gefüge besitzt, führen zu keinen signifikanten Änderungen in den Kornabmessungen oder anderen Gefügeparametern (siehe Anhang Abb. A.6 und Tabelle A.1).

#### 4.6 Gefüge in ECAP-Proben aus ZStE500

Die Gefüge der ECAP-Proben aus ZStE500 wurden sowohl nach einem Umformschritt ( $N=1$ ) als auch nach zwei Umformschritten der Route C ( $N_c=2$ ) untersucht. Die IPF-Darstellungen der EBSD-Messungen an Flachscliffen zeigen, dass durch den ersten Umformschritt die Körner im Vergleich zum unbehandelten Ausgangsmaterial eine Vorzugsorientierung und eine Kornstreckung entlang der Scherebene besitzen (Abb. 4.21, a und b). Der Kornstreckungsgrad wird von 2,8 im Ausgangszustand durch einen Umformschritt auf 3,6 erhöht. Im zweiten Umformschritt wird das Material entsprechend der Route C um  $180^\circ$  gedreht und somit in der Scherebene entgegengesetzt zum ersten Durchgang geschert. Dadurch werden die Körner segmentiert und die Kornstreckung reduziert (Abb. 4.21, c).

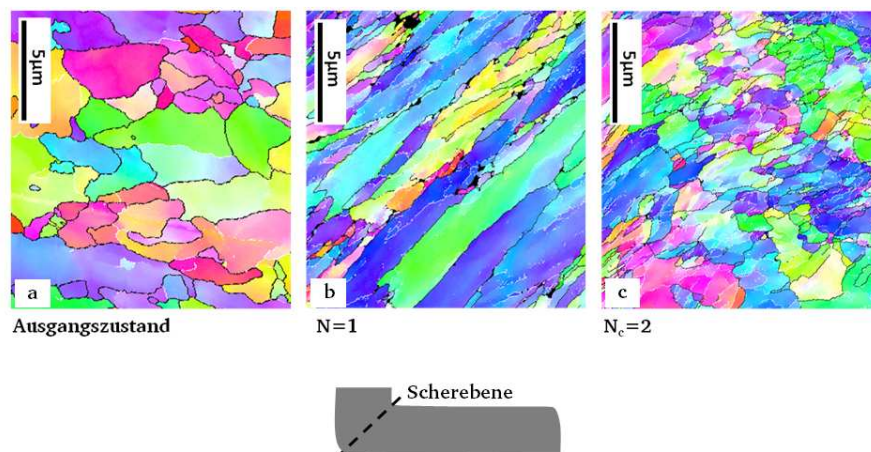


Abb. 4.21: Gefüge im Flachscliff des Ausgangszustands und der ECAP-Proben aus ZStE500 mit  $N=1$  und  $N_c=2$  (IPF-Darstellung)



Mit zunehmender Anzahl an Umformschritten nimmt die Korngröße ab und die Korngrenzdicke sowie der Anteil an Großwinkelkorngrenzen steigen. Im Vergleich zur Korngröße von  $4\text{ }\mu\text{m}$  im Ausgangszustand besitzt der ZStE500 nach einem ECAP-Durchgang eine mittlere Korngröße von  $2,8\text{ }\mu\text{m}$ , eine Korngrenzdicke von  $6,3\text{ }\mu\text{m}^{-1}$  und einen GWKG-Anteil von 41 % (Tabelle 4.5). Durch einen weiteren Umformschritt reduziert sich die mittlere Korngröße auf  $2\text{ }\mu\text{m}$  und der Anteil an GWKG erreicht 45 %. Das Gefüge besitzt eine sehr inhomogene Korngrößenverteilung mit Körnern im Bereich von  $1\text{ }\mu\text{m}$ , aber auch Körnern im Bereich der Ausgangskorngröße.

Durch zwei ECAP-Umformschritte der Route C des Werkstoffs ZStE500 wird somit kein ultrafeinkörniges Gefüge, sondern ein klassisch kaltverfestigtes Gefüge erzeugt. Dieses weist vergleichbare Gefügeabmessungen zu dem klassisch kaltverfestigten Gefüge auf, das an der Flanschunterseite der Spaltprofile aus ZStE500 vorliegt.

Tabelle 4.5: Vergleich der Gefügeparameter der ECAP-Proben aus ZStE500 nach verschiedenen Umformschritten

| N               | d [ $\mu\text{m}$ ] | a    | Korngrenzdicke [ $\mu\text{m}^{-1}$ ] | KWKG [%] | GWKG [%] |
|-----------------|---------------------|------|---------------------------------------|----------|----------|
| Ausgangszustand | 4                   | 2,8  | 1,6                                   | 34       | 66       |
| 1               | 2,8                 | 3,6  | 6,3                                   | 59       | 41       |
| 2               | 2                   | 2,88 | 8                                     | 55       | 45       |

## 4.7 Texturanalyse

Für die Auswertung und den Vergleich der Texturdaten ist es notwendig, das Probenkoordinatensystem an die jeweilige Fließrichtung des Umformprozesses anzupassen. Diese Anpassung wurde für das Spaltprofilieren, das Spaltbiegen, die HPT- sowie die ECAP-Umformung durchgeführt und wird im Folgenden erläutert.

Aus vorangegangenen Arbeiten geht hervor, dass der Spaltprofilierprozess Analogien zum Walzen aufweist [Boh10][Bru11]. Die Ausformung der Flansche kann demnach als Stauchen unter ebener Dehnung angesehen werden, sodass für die Texturauswertung der Flansche ein für Walzprozesse typisches Koordinatensystem mit den Achsen RD (Walzrichtung), TD (Querrichtung) und ND (Blechnormale) angewendet wurde (Abb. 4.22, links). Dieses Koordinatensystem wurde ebenfalls für die Texturauswertungen der Spaltbiegeprofile verwendet.

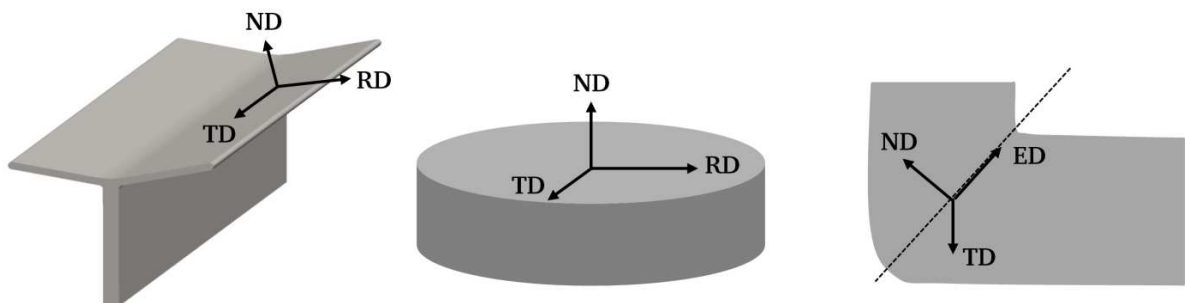


Abb. 4.22: Angepasste Koordinatensysteme für die Texturauswertung in Spaltprofilen/ Spaltbiegeprofilen (links), in HPT-Proben (Mitte) und in ECAP-Proben (rechts)

---

Das Koordinatensystem für die Texturmessungen in den HPT-Proben wurde an die in der Literatur vorgegebenen Orientierungen angepasst, die eine Normalenrichtung (ND), eine Tangentialrichtung (TD) und eine Radialrichtung (RD) beschreiben (Abb. 4.22, Mitte). Die Messungen wurden in der ND-RD-Ebene durchgeführt. Bei der ECAP-Umformung besitzt die Umformroute einen entscheidenden Einfluss auf die Textur. Bei der Umformung nach Route C wird das Halbzeug nach einem Umformschritt um  $180^\circ$  gedreht, was bei der Texturauswertung der Probe nach dem zweiten Umformschritt ( $N=2$ ) berücksichtigt wurde. Desweiteren wurde das Koordinatensystem entsprechend der Scherrichtung ED, der Normalenrichtung ND und der Querrichtung TD gedreht und somit die Textur in einer Ebene parallel zur Scherebene ausgewertet (Abb. 4.22, rechts).

Die Texturauswertungen der verschiedenen Umformprozesse sind im Folgenden anhand des  $\varphi_2=45^\circ$ -Schnittes der ODF dargestellt, der alle relevanten Informationen zu Verformungstexturen von ferritischen Stählen beinhaltet.

#### 4.7.1 Flansch ZStE500

Die ODF der EBSD-Messungen an der Flanschoberseite des Spaltprofils aus ZStE500 in einer Tiefe von  $25\ \mu\text{m}$  liefert hohe Intensitäten im Bereich der  $\alpha$ -Faser in  $\langle 110 \rangle$  Richtung und der  $\gamma$ -Faser in  $\langle 111 \rangle$  Richtung, wobei die  $\gamma$ -Faser gegenüber der Ideallage verkürzt bzw. nicht vollständig ausgeprägt vorliegt (Abb. 4.23, a). Neben der  $\alpha$ - und der  $\gamma$ -Faser besitzt die Textur der Flanschoberseite eine gedrehte Würfellage der  $\{001\}\langle 110 \rangle$  Orientierung ( $\varphi_1=0^\circ$  bzw.  $90^\circ$ ,  $\Phi=0^\circ$ ), die die höchste Intensität in den Texturlagen aufweist. Mit zunehmendem Abstand zur Flanschoberseite nimmt die Intensität der gedrehten Würfellage ab und besitzt an der Flanschunterseite nur noch einen maximalen Wert von  $I_{\text{max}}=7$ , der um eine Größenordnung geringer ist als der Intensitätswert an der Flanschoberseite ( $I_{\text{max}}=74$ ). Die beiden ausgeprägten Fasern der Flanschoberseite zerfallen mit zunehmendem Abstand zur gespaltenen Oberfläche in einzelne Lagen. In einer Tiefe von  $150\ \mu\text{m}$  weist der Flansch intensitätsstärkere Lagen der Orientierung  $\{111\}\langle 112 \rangle$  ( $\varphi_1=90^\circ$ ,  $\Phi=60^\circ$ ) und  $\{111\}\langle 121 \rangle$  ( $\varphi_1=25^\circ$ ,  $\Phi=60^\circ$ ) auf (Abb. 4.23, b). An der Flanschunterseite besitzt die Textur neben der Würfellage schwache Scherlagen in Form der F-Lage mit der Orientierung  $\{110\}\langle 001 \rangle$  und der J-Lage mit der Orientierung  $\{110\}\langle 112 \rangle$  (Abb. 4.23, c).

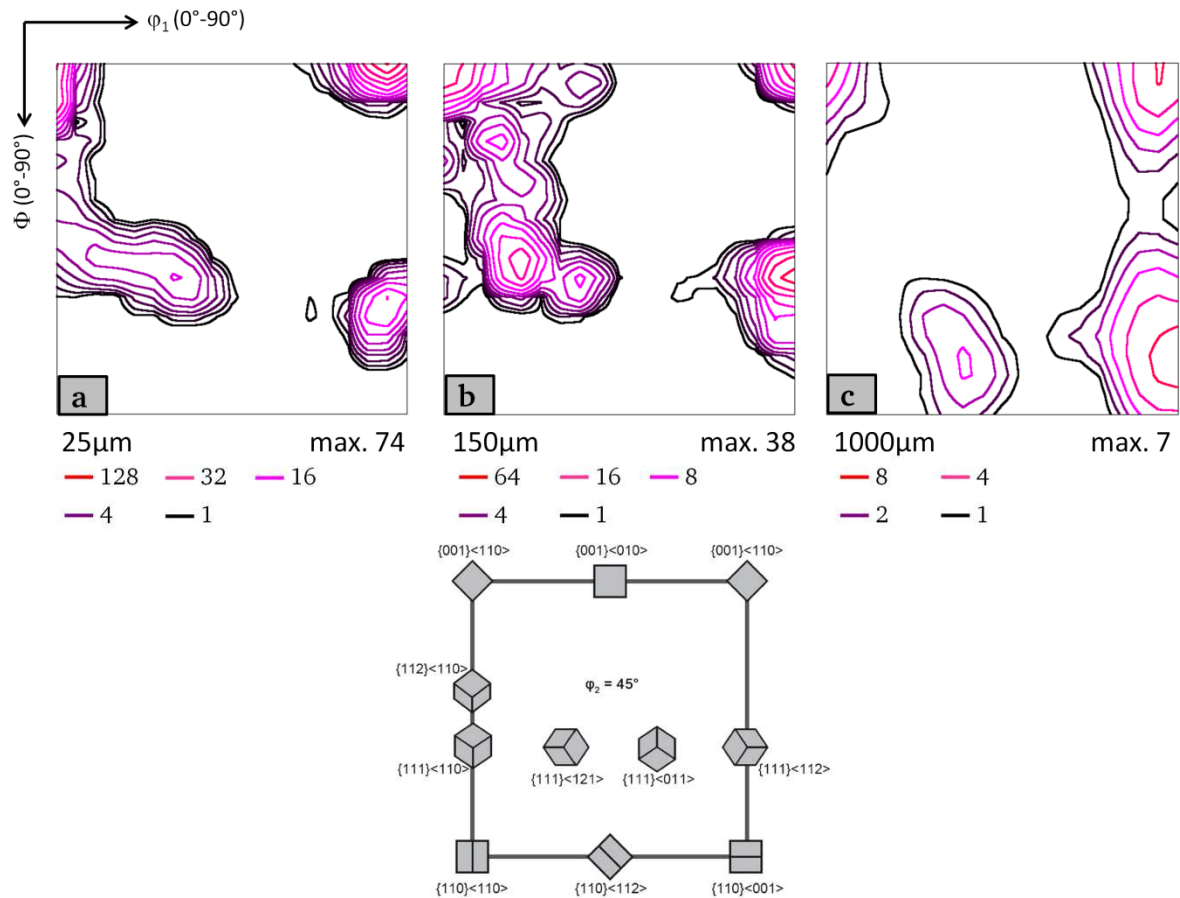


Abb. 4.23: ODF-Schnitte bei  $\phi_2 = 45^\circ$  im Flansch von Spaltprofilen aus ZStE500 in verschiedenen Tiefen

Ausgehend von der Flanschoberseite zeigt das Spaltprofil zunächst eine ausgeprägte klassische Walztextur (Stauchung unter ebener Dehnung) in Form der gedrehten Würfellage, der  $\gamma$ -Faser sowie der  $\alpha$ -Faser. Mit zunehmendem Abstand zur Flanschoberseite nimmt die Intensität der Textur im Allgemeinen ab und geht an der Flanschunterseite in eine schwache Schertextur über.

#### 4.7.2 Spaltbiegeprofil DD11

Die ODF der EBSD-Messungen im gedünnten Bereich, im Spaltgrund und im Flansch des Spaltbiegeprofils aus DD11 liefern hohe Intensitäten im Bereich der  $\alpha$ -Faser in  $\langle 110 \rangle$  Richtung und in der gedrehten Würfellage mit der  $\{001\} \langle 110 \rangle$  Orientierung ( $\phi_1 = 0^\circ$  bzw.  $90^\circ$ ,  $\Phi = 0^\circ$ ) (Abb. 4.24). Im gedünnten Bereich (Bild a) sowie im Flansch (Bild c) treten zusätzlich mit schwächerer Intensität die Übergangslagen ( $\{111\} \langle 110 \rangle$  und  $\{111\} \langle 121 \rangle$ ) in die  $\gamma$ -Faser auf, wohingegen die Textur des Spaltgrunds keine Intensitätslagen der  $\gamma$ -Faser aufweist (Bild b). Die gemessene maximale Intensität der Textur erreicht im neu ausgeformten Flansch mit  $I_{\max} = 51$  einen höheren Wert als im gedünnten Bereich mit  $I_{\max} = 39$ . Direkt im Spaltgrund liegt eine sehr scharfe Stauchtextur vor ( $I_{\max} = 120$ ) mit sehr hohen Intensitäten in der gedrehten Würfellage.

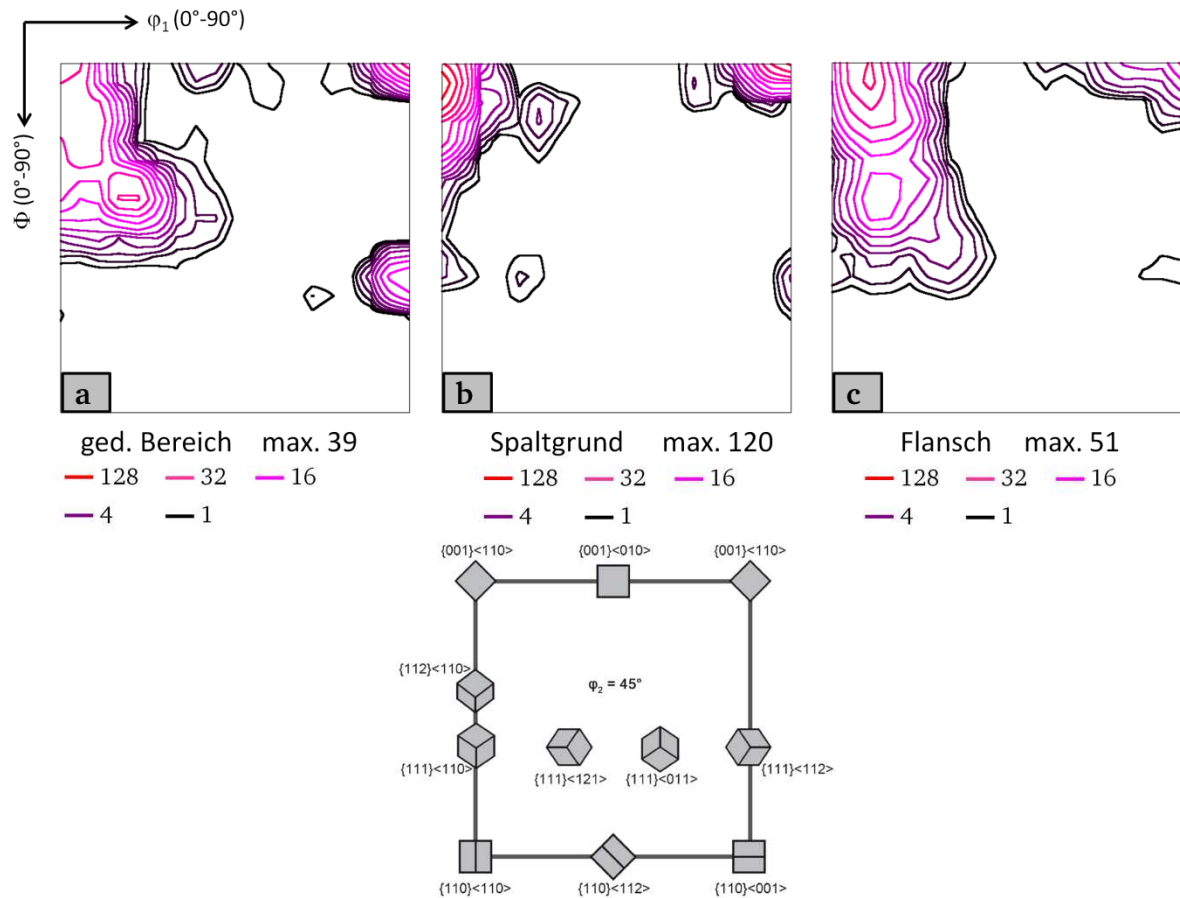


Abb. 4.24: ODF-Schnitte bei  $\varphi_2 = 45^\circ$  im Spaltbiegeprofil aus DD11 in den verschiedenen Profilbereichen in einer Tiefe von  $25 \mu\text{m}$

Das Spaltbiegeprofil aus DD11 besitzt im gedünnten Bereich und im Flansch eine Walztextur, wie sie bereits in den Flanschoberseiten der Spaltprofile aus ZStE500 gemessen wurde. Dabei weist vor allem der gedünnte Bereich des Spaltbiegeprofils vergleichbare Intensitätslagen zum Flansch der Spaltprofile auf.

#### 4.7.3 HPT ZStE500

Die HPT-Probe nach einer viertel Umdrehung zeigt allgemein eine Abnahme in der Texturintensität bzw. -schärfe mit zunehmendem Abstand zur Probenmitte und somit zunehmender Dehnung (Abb. 4.25).

Der  $\varphi_2 = 45^\circ$ -Schnitt der ODF bei einem Radius von  $r = 4 \text{ mm}$  (Bild a) zeigt einzelne intensitätsstarke Lagen der  $\{111\}\langle uvw \rangle$ -Orientierung, die eine nicht vollständig ausgeprägte  $\gamma$ -Faser darstellen, die um die  $\varphi_2$ -Achse verdreht vorliegt. Dabei besitzt die Lage mit der  $\{111\}\langle 011 \rangle$  Orientierung die höchste Intensität, die mit zunehmendem Radius jedoch abnimmt ( $r = 9 \text{ mm}$ , Bild b). Im Bereich des Probenrands bei  $r = 16 \text{ mm}$  (Bild c) weist die gedrehte Würfellage  $\{001\}\langle 110 \rangle$  ( $\varphi_1 = 0^\circ$  bzw.  $90^\circ$ ,  $\Phi = 0^\circ$ ) die höchsten Intensitäten auf, wobei die Textur im Vergleich zur Probenmitte ( $r = 4 \text{ mm}$ , Bild a) schwach ausgeprägt ist.



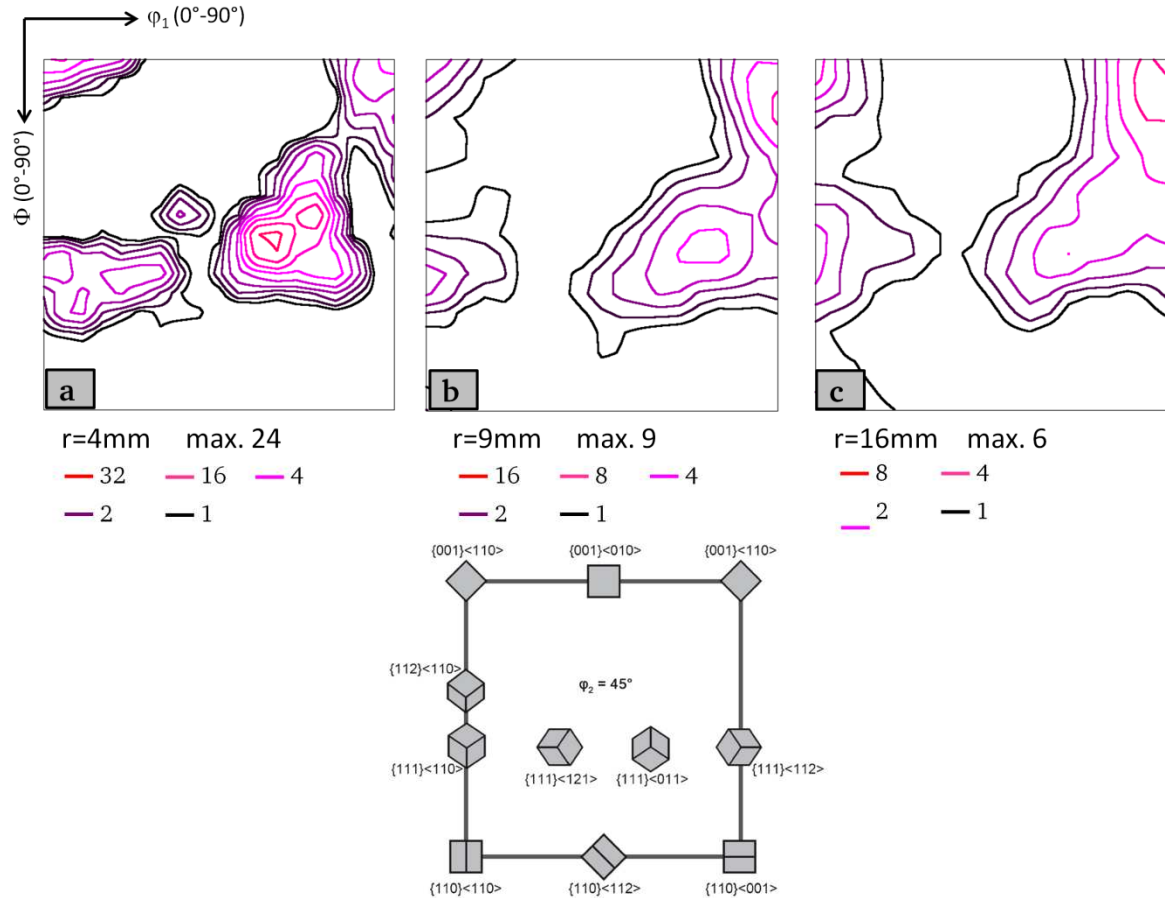


Abb. 4.25: ODF-Schnitte bei  $\phi_2 = 45^\circ$  der HPT-Probe aus ZStE500 mit  $n=0,25$  bei verschiedenen Radien

Ausgehend von der Probenmitte (Bild a) besitzt die HPT Probe eine scharfe Textur mit intensitätsstarken Orientierungen in den gedrehten Würfellagen und entlang der Richtungen der  $\gamma$ -Faser. Richtung Probenrand (Bild b und c) bleiben die einzelnen Lagen der Textur soweit erhalten, verlieren jedoch an Intensität und Schärfe.

Die HPT-Probe nach einer halben Umdrehung besitzt eine ähnliche Textur wie die HPT-Probe nach einer viertel Umdrehung. Die Texturauswertung ist im Anhang dargestellt (siehe Anhang Abb. A.7).

Die Texturen der HPT-Proben zeigen durch das Auftreten der  $\gamma$ -Faser und der gedrehten Würfellage Gemeinsamkeiten mit den Texturen der Spaltprofile und der Spaltbiegeprofile. Ein Unterschied besteht in den Texturintensitäten, die bei den HPT-Proben deutlich unter denen der gespaltenen Profile liegen.

#### 4.7.4 ECAP ZStE500

Die Textur der ECAP-Probe aus ZStE500 nach zwei Umformschritten entsprechend der Route C weist keine sehr hohe Intensität der gemessenen Orientierungen auf ( $I_{\max}=10$ , Abb. 4.26). Der  $\phi_2=45^\circ$ -Schnitt der ODF zeigt auftretende Intensitäten in den Lagen mit den Orientierungen  $\{111\}<112>$  ( $\phi_1=90^\circ$ ,  $\Phi=45^\circ$ ),  $\{110\}<001>$  ( $\phi_1=90^\circ$ ,  $\Phi=90^\circ$ ) sowie  $\{110\}<112>$  ( $\phi_1=45^\circ$ ,  $\Phi=90^\circ$ ). Diese Lagen entsprechen der

D-Lage, der F-Lage und der J-Lage einer klassischen Schertextur. Diese Orientierungen wurden mit gleicher Intensität ebenfalls in der Textur der Flanschunterseite der Spaltprofile aus ZStE00 gemessen und liefern somit vergleichbare Texturen zwischen der ECAP-Probe nach zwei Umformschritten und der Flanschunterseite der Spaltprofile.

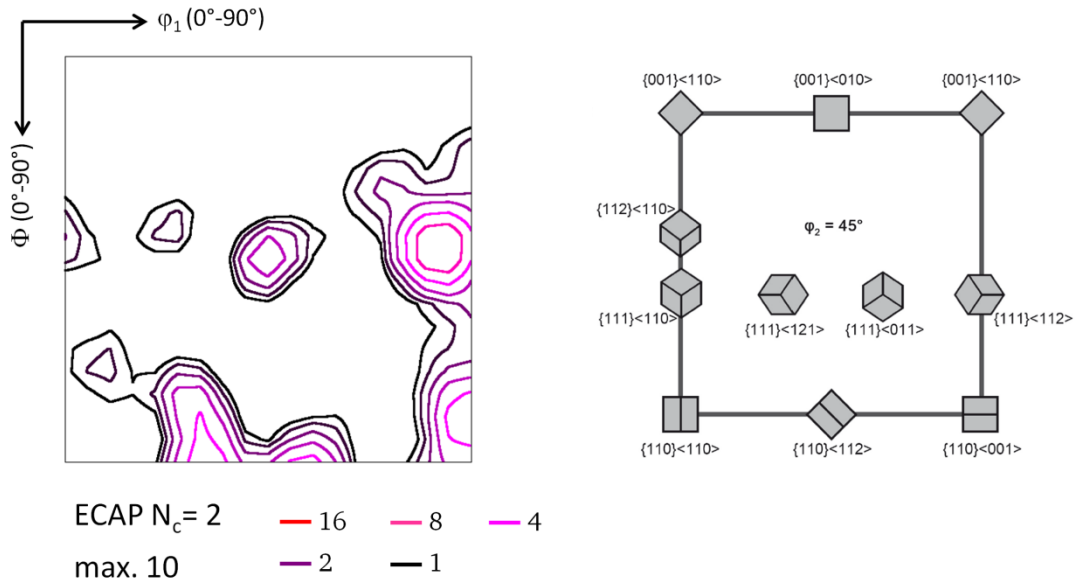


Abb. 4.26: ODF-Schnitt bei  $\varphi_2 = 45^\circ$  der ECAP-Probe aus ZStE500 mit  $N_c = 2$

## 4.8 Mechanische Eigenschaften von Spaltprofilen

Die Untersuchungen zu den mechanischen Eigenschaften von Spaltprofilen erfolgten an den Stählen ZStE500, ZStE340 und am rost- und säurebeständigen Stahl 1.4016. Im Folgenden werden die Ergebnisse der Spaltprofile aus ZStE500 und 1.4016 dargestellt, die Ergebnisse für die Spaltprofile aus ZStE340 sind dem Anhang zu entnehmen (siehe Anhang Abb. A.3 und A.4).

### 4.8.1 Härte ZStE500 und 1.4016

#### Härte des Ausgangsmaterials

Der ZStE500 besitzt im Anlieferungszustand (Coilmaterial) eine Härte von 250 HV<sub>0,05</sub> und wird im Folgenden als Grundhärte bezeichnet. Der rost- und säurebeständige Stahl 1.4016 weist im Anlieferungszustand (Platine) eine Grundhärte von 177 HV<sub>0,05</sub> auf. Die gemessenen Härten der Werkstoffe sind richtungsunabhängig und über den Querschnitt der Bleche konstant, sodass in Blechdickenrichtung eine homogene Härte vorliegt.

## Härte im Spaltprofil

Im spaltprofilierten Zustand weisen die Flansche einen charakteristischen Härtegradienten über die Flanschdicke auf (Abb. 4.27). Ausgehend von der Flanschoberseite nimmt die Härte kontinuierlich ab und geht Richtung Flanschunterseite in ein Härteplateau über, dessen Wert über dem der Grundhärte liegt. Die Spaltprofile aus ZStE500 erreichen an der Flanschoberseite eine Härte von 380 HV<sub>0,05</sub>. Trotz der deutlich geringeren Grundhärte weisen die Spaltprofile des rost- und säurebeständigen Stahls 1.4016 eine vergleichbare Maximalhärte von 360 HV<sub>0,05</sub> an der Flanschoberseite auf.

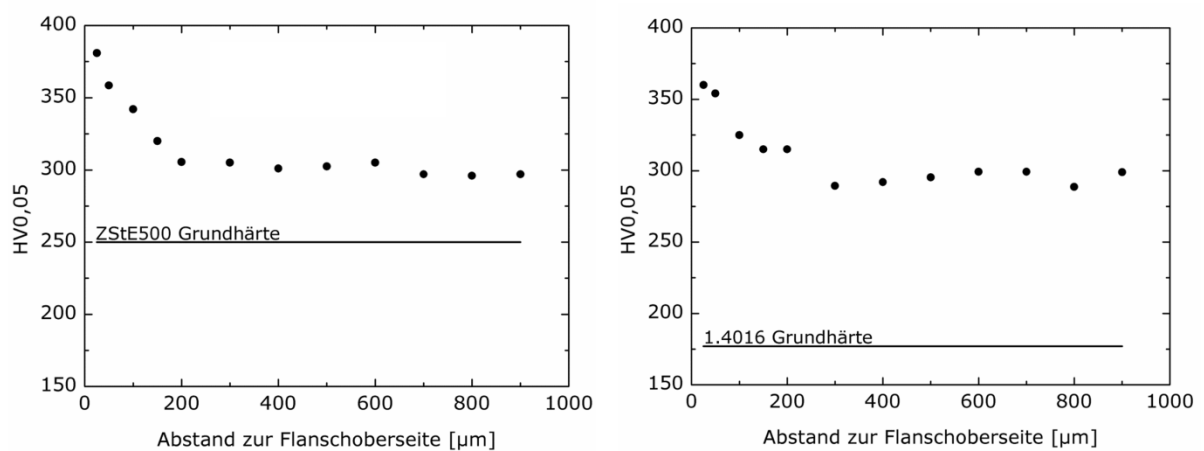


Abb. 4.27: Härteverläufe senkrecht zur Flanschoberseite in Spaltprofilen aus ZStE500 (links) und aus 1.4016 (rechts)

Parallel zur Flanschoberseite steigt die Härte an den Flanschspitzen im ZStE500 und im 1.4016 von 270 HV<sub>0,05</sub> in Richtung Spaltgrund an und erreicht nach ca. 5 mm ein Plateau (Abb. 4.28). Die Härte bleibt entlang der gespaltenen Oberfläche konstant und fällt Richtung gegenüberliegender Flanschspitze wieder auf den nahezu identischen Wert der anfänglichen Flanschspitze ab. Das Härteplateau des ZStE500 liegt in einer Tiefe von 50 μm bei einem Wert von 360 HV<sub>0,05</sub>, der 1.4016 besitzt in dieser Tiefe eine konstante Härte von 340 HV<sub>0,05</sub>. Mit zunehmendem Abstand zur gespaltenen Oberfläche verläuft das Härteplateau bei geringen Werten.

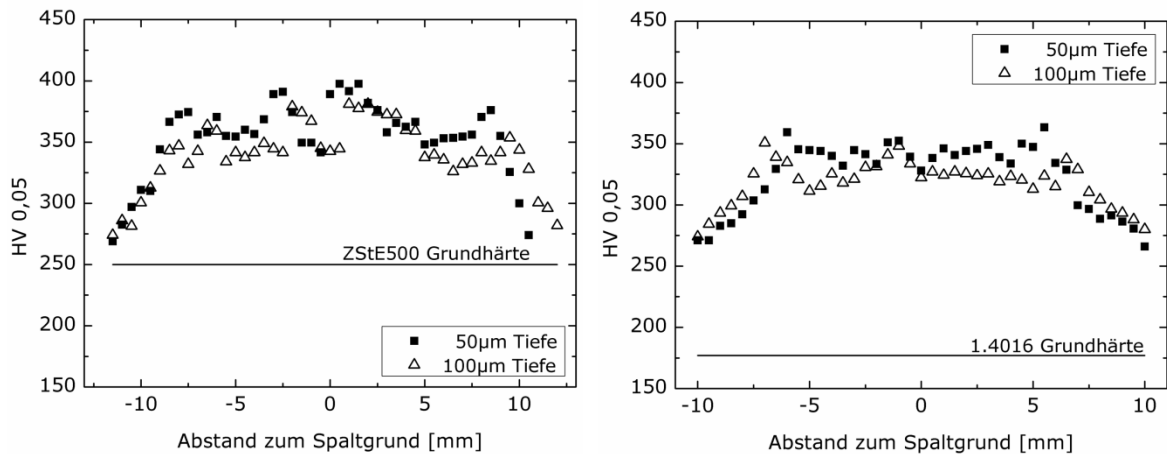


Abb. 4.28: Härteverläufe parallel zur Flanschoberseite in Spaltprofilen aus ZStE500 (links) und aus 1.4016 (rechts)

### Härte im Spaltprofil nach Wärmebehandlungen

Die Härtemessungen in Flanschtiefenrichtung der Spaltprofile aus ZStE500 nach der Wärmebehandlung bei 300 °C und 450 °C für 1 h ergeben, dass der Gradient in der Härte trotz Wärmebehandlung erhalten bleibt (Abb. 4.29). Die Härte nimmt nahe der Flanschoberseite durch die Wärmebehandlungen ab und geht Richtung Flanschunterseite für alle 3 Zustände in das gleiche Härteplateau über. Dies zeigt, dass durch die Glühungen keine signifikanten Erholungsprozesse eintreten.

Die Wärmebehandlung bei 300 °C führt in einer Tiefe von 25 µm zu einer Abnahme der Härte von 381 HV<sub>0,05</sub> im unbehandelten Zustand auf eine Härte von 370 HV<sub>0,05</sub>. Nach einer Wärmebehandlung von 450 °C nimmt die Härte an der Flanschoberseite weiter ab und erreicht einen Wert von 346 HV<sub>0,05</sub>. Dies entspricht einer Härteabnahme von 9 % ausgehend vom unbehandelten Zustand des Spaltprofils.

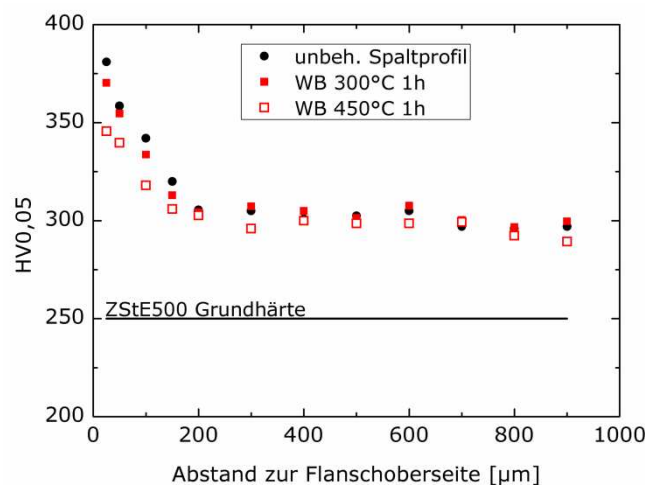


Abb. 4.29: Härteverläufe senkrecht zur Flanschoberseite in Spaltprofilen aus ZStE500 im unbehandelten Zustand und nach verschiedenen Wärmebehandlungstemperaturen

#### 4.8.2 Zugversuche ZStE500 und 1.4016

Die Zugversuche an Proben aus den Flanschen der Spaltprofile zeigen eine signifikante Steigerung der Festigkeit im Vergleich zu dem jeweiligen Ausgangsmaterial (Abb. 4.30).

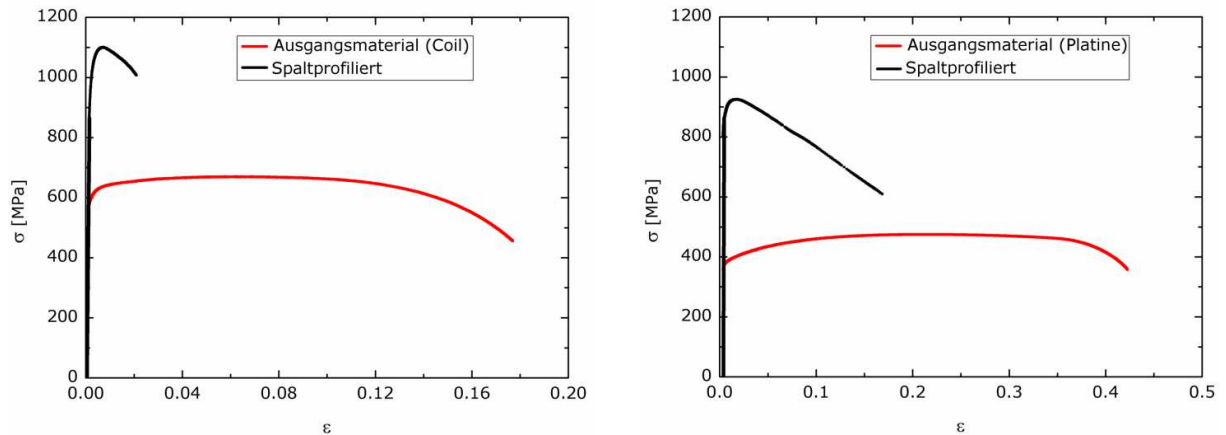


Abb. 4.30: Technische Spannungs-Dehnungs-Kurven des Ausgangsmaterials und des Spaltprofils aus ZStE500 (links) und aus 1.4016 (rechts)

Die spaltprofilierten Flansche aus ZStE500 weisen eine um 40 % höhere Zugfestigkeit im Vergleich zum Ausgangsmaterial auf (Tabelle 4.6). Die Festigkeitssteigerung in den Spaltprofilen aus 1.4016 beträgt gegenüber dem Ausgangsmaterial 49 %. Beide Stähle besitzen im spaltprofilierten Zustand die für UFG-Gefüge typische geringe Gleichmaßdehnung  $A_g$ , die bei den Flanschen unter 1 % liegt. Nach Beginn der Einschnürung verformen sich die Proben in diesem Bereich sehr duktil weiter, was an dem hohen Dehnungsanteil  $A$  nach Erreichen von  $A_g$  deutlich wird.

Tabelle 4.6: Mechanische Kennwerte der Zugversuche an ZStE500 und 1.4016

|         |         | $R_{p0.2}$ [MPa] | $R_m$ [MPa] | $A_g$ [%] | $A$ [%] |
|---------|---------|------------------|-------------|-----------|---------|
| ZStE500 | Coil    | 620              | 670         | 6         | 17      |
|         | Flansch | 1088             | 1115        | 0,77      | 2       |
| 1.4016  | Platine | 380              | 475         | 21        | 43      |
|         | Flansch | 890              | 925         | 0,90      | 16      |

Die untersuchten Bruchflächen der Zugproben weisen über die gesamte Bruchfläche eine ausgeprägte Dimpelstruktur auf, die das duktile Umformverhalten aus den Zugkurven bestätigt. Neben der Dimpelstruktur treten vor allem im Bereich der Flansch-oberseite mit dem UFG-Gefüge Sekundärrisse auf, die parallel zur gespaltenen Oberfläche entlang der langen Achse des Pancake-Gefüges verlaufen (Abb. 4.31).

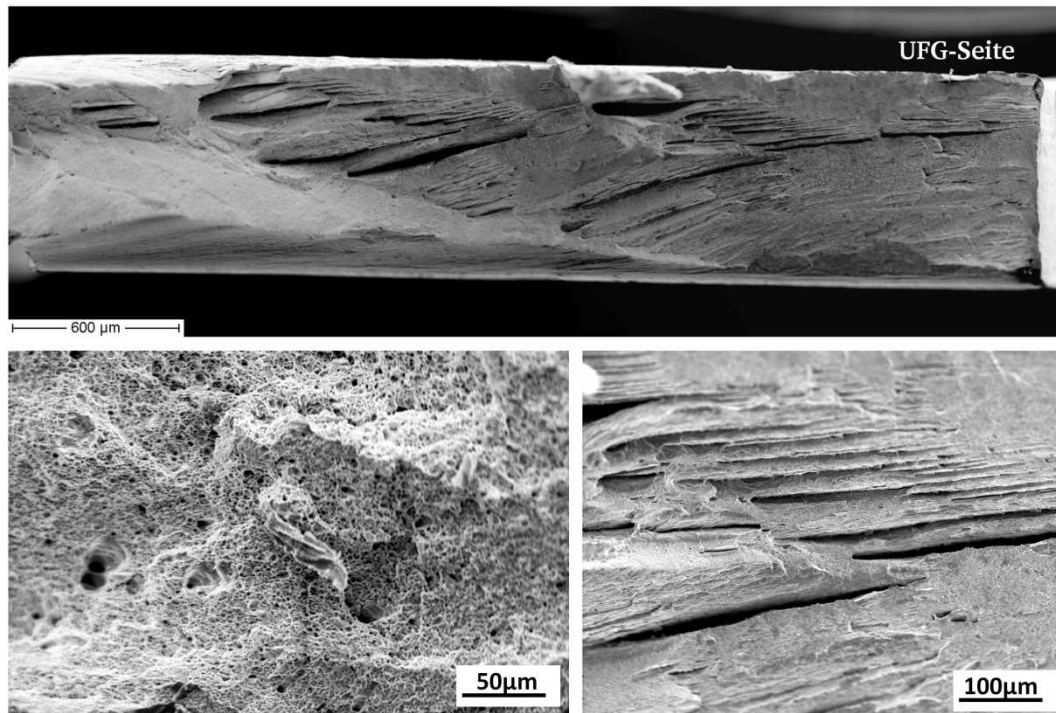


Abb. 4.31: Übersichts- und Detailaufnahmen der Flansch-Zugprobe am Beispiel des ZStE500, Dimpelstruktur (unten links) und Sekundärrisse (unten rechts)

#### 4.8.3 3-Punkt-Biegung ZStE500

Die 3-Punkt-Biegeversuche wurden an Flanschmaterial aus ZStE500 bei einer Belastungsgeschwindigkeit  $v=2,4 \text{ mm min}^{-1}$  im unbehandelten Zustand sowie nach einer Wärmebehandlung nach  $300 \text{ }^{\circ}\text{C}$  und  $450 \text{ }^{\circ}\text{C}$  (für je 1 h) durchgeführt. Die Temperaturen der Wärmebehandlung wurden anhand vorangegangener Untersuchungen von Bruder [Bru11] gewählt, um den Einfluss der Korngröße und der Versetzungsdichte auf das Umformverhalten der Flansche untersuchen zu können. Bei den Biegeproben im unbehandelten Zustand wurde zusätzlich die Positionierung des UFG-Gefüges verändert, d. h. das UFG-Gefüge wurde sowohl unter Druck als auch unter Zug gebogen. Die Erhöhung der Belastungsgeschwindigkeit um eine Größenordnung ( $v=24 \text{ mm min}^{-1}$ ) und somit der Einfluss der Dehnrates auf das Umformverhalten der Flansche wurde lediglich im unbehandelten Zustand untersucht.

##### Biegung des UFG-Gefüges unter Druckbeanspruchung

Die Versuche, bei denen das unbehandelte UFG-Gefüge der Flansche aus ZStE500 unter Druck gebogen wurde zeigen, dass im Bereich des Biegeradius eine Scherbandbildung auftritt (Abb. 4.32, links). Die Scherbänder bilden eine netzwerkartige Struktur aus und verlaufen  $\pm 45^{\circ}$  zur Biegeachse. Die Scherbänder treten in regelmäßigen Abständen auf, besitzen eine Breite zwischen  $5\text{--}10 \text{ }\mu\text{m}$  und reichen bis in eine Tiefe von  $180 \text{ }\mu\text{m}$ .



Die Biegeversuche, bei denen das UFG-Gefüge auf der Unterseite des Biegestäbchens positioniert und somit die klassisch kaltverfestigte Flanschunterseite unter Druck gebogen wurde, zeigen, dass hier keine Scherbänder auftreten (Abb. 4.32, rechts). Somit tritt die Scherbandbildung bei einer Druck-Biegebeanspruchung lediglich bei dem UFG-Gefüge auf.

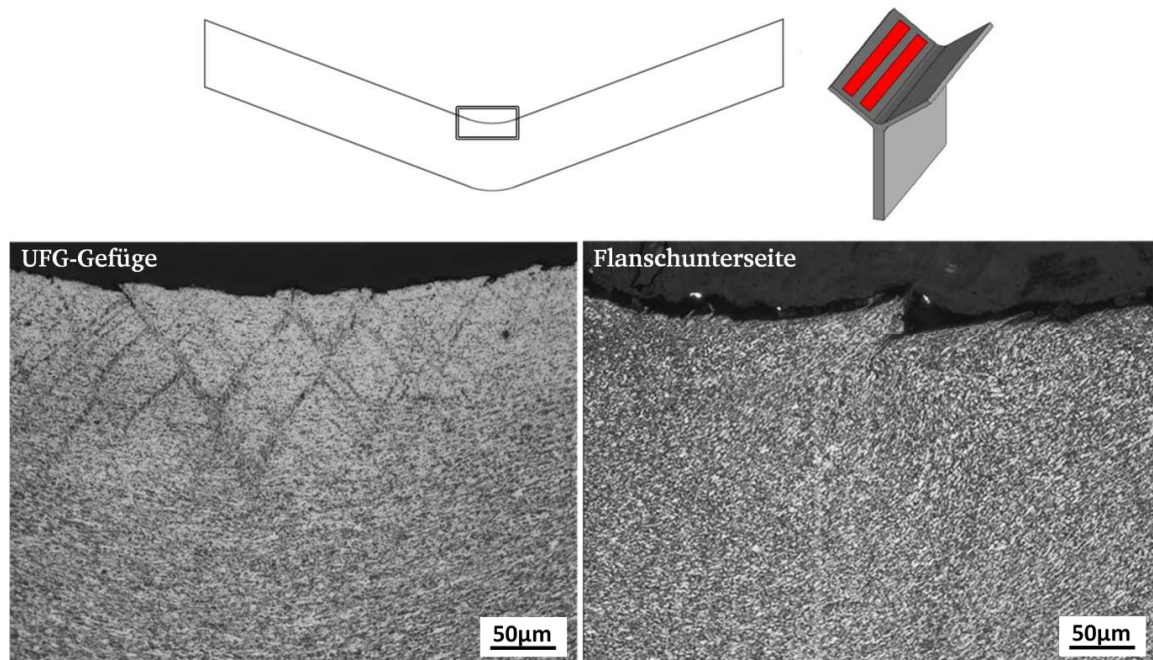


Abb. 4.32: Querschliffe der gebogenen Flansch-Biegestäbchen aus ZStE500; links: Biegung des UFG-Gefüges unter Druck; rechts: Biegung der Flanschunterseite unter Druck

Die 3-Punkt-Biegeversuche wurden mithilfe der Simulationssoftware Abaqus simuliert, die die Spannungsverteilungen innerhalb des Gefügegradienten der Biegestäbchen sowie die Lage der neutralen Faser liefert. Die Berechnungen der Spannungen in x-Richtung ergeben, dass die neutrale Faser in einer Tiefe von  $240\text{ }\mu\text{m}$  verläuft und somit bis zu dieser Tiefe Druckspannungen vorliegen, die Richtung Unterseite des Biegestäbchens in Zugspannungen übergehen (Abb. 4.33). Die maximalen erreichten Druckspannungen durch die Biegung betragen  $1220\text{ MPa}$ , die maximalen Zugspannungen betragen  $1230\text{ MPa}$ . Ein Vergleich der Eindringtiefe der Scherbänder mit der Spannungsverteilung ergibt, dass sich die Scherbänder bis zu einer Druckspannung von  $1070\text{ MPa}$  ausbilden, die in guter Übereinstimmung mit der Fließgrenze des Flanschmaterials steht (Tabelle 4.6).



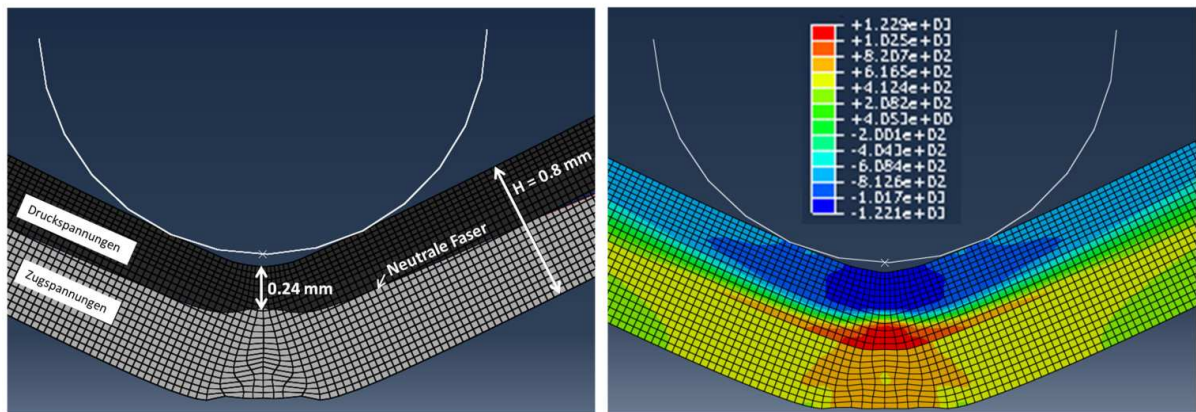


Abb. 4.33: FEM-Simulation der 3-Punkt-Biegeversuche der Flansche aus ZStE500

Im Bereich der auftretenden Scherbänder wurden Messungen mit einem 3D Lasermikroskop durchgeführt, die zeigen, dass die Biegung eine Aufrauung der Oberfläche bewirkt (Abb. 4.34). Durch das Lasermikroskop werden Stufen sichtbar, deren Höhe zwischen  $4,5\text{--}5\text{ }\mu\text{m}$  liegt. Die Stufen treten ebenfalls in regelmäßigen Abständen auf und können mit den auftretenden Scherbändern in Verbindung gebracht werden, so dass diese die Ursache für die Aufrauung der Probenoberfläche darstellen.

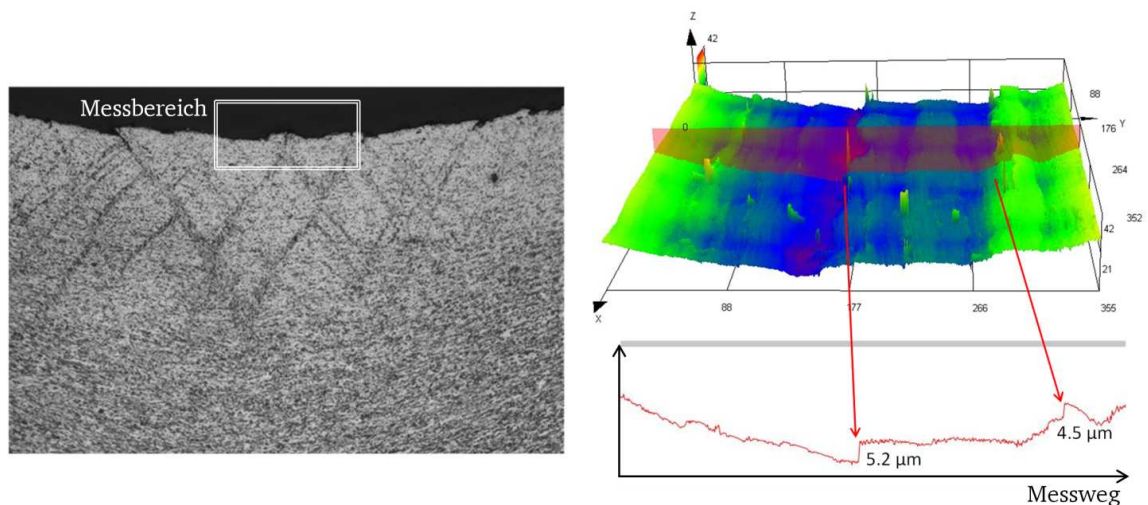


Abb. 4.34: 3D-Lasermikroskopaufnahme im Bereich der Scherbänder im Flansch des ZStE500

Um die mögliche Ursache der Scherbandbildung zu identifizieren und die Eigenschaften der Scherbänder zu charakterisieren, wurden EBSD- sowie Härtemessungen in den Scherbändern durchgeführt. Die EBSD-Messungen außerhalb des Scherbandes zeigen das charakteristische UFG-Gefüge der Flansche mit einem hohen Kornstreckungsgrad von 7, einer Pancake-Dicke  $d_{\min}$  von 100 nm und einem Anteil an GWKG von 70 %. Dieses entspricht dem UFG-Gefüge im Ausgangszustand ohne Biegung. Der Übergang vom UFG-Gefüge zum Scherband ist sehr scharf und die Gefügestruktur innerhalb des Scherbandes weicht deutlich von der typischen UFG-Struktur des Flansches ab. Die ursprünglich gestreckten Körner segmentieren in eher gleichachsige Körner und ändern ihre geometrische Ausrichtung (Abb. 4.35, oben). Eine quantitative Auswertung

der Gefügeparameter innerhalb des Scherbandes war durch die schlechte Messqualität nicht möglich.

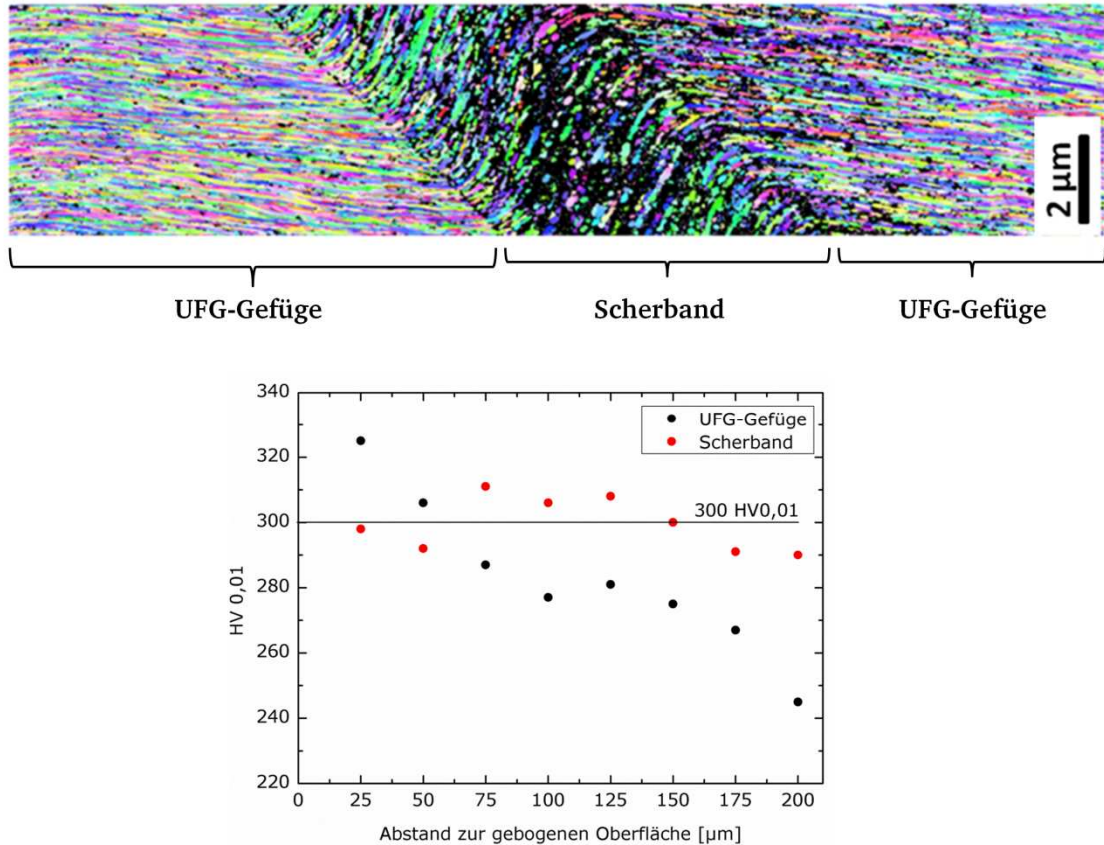


Abb. 4.35: EBSD-Aufnahme (oben) und Härtemessung (unten) eines Scherbandes im Flansch-Biegestäbchen des ZStE500

Neben der mikrostrukturellen Änderung treten innerhalb des Scherbandes auch Änderungen in den lokalen mechanischen Eigenschaften auf. Die Härtemessungen senkrecht zur gebogenen Oberfläche liefern innerhalb des Scherbandes unabhängig vom Oberflächenabstand einen nahezu konstanten Härtegrad von 300 HV<sub>0,01</sub>, wohingegen eine Vergleichsmessung im angrenzenden UFG-Gefüge den charakteristischen Härtegradienten des Flansches aufweist (Abb. 4.35, unten). Ab einer Tiefe von 50–60 µm liegt die Härte des Scherbandes über der des UFG-Gefüges.

Die Erhöhung der Belastungsgeschwindigkeit um eine Größenordnung auf  $v=24 \text{ mm min}^{-1}$  zeigt, dass die Dehnrates keinen Einfluss auf die Ausprägung der Scherbandbildung besitzt. Sowohl die Eindringtiefe als auch die Breite der Scherbänder entsprechen den Parametern der Biegeversuche mit einer Belastungsgeschwindigkeit von  $v=2,4 \text{ mm min}^{-1}$ .

Durch die **Wärmebehandlung** der Biegeproben des ZStE500 für 1 h bei 300 °C und 450 °C nimmt die Tendenz zur Scherbandbildung im UFG-Gefüge unter einer Druckbeanspruchung mit zunehmender Temperatur der Wärmebehandlung ab (Abb. 4.36).

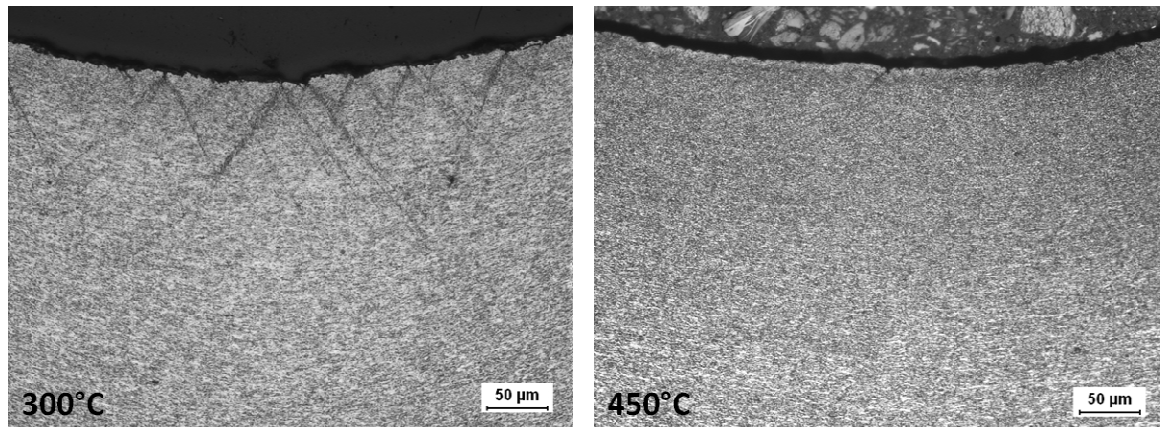


Abb. 4.36: Querschliffe der gebogenen Flansch-Biegestäbchen aus ZStE500 nach den verschiedenen Wärmebehandlungen: 1h bei 300 °C (links) und 1h bei 450 °C (rechts)

Die Eindringtiefe der Scherbänder reduziert sich von 180 µm im unbehandelten Zustand auf 90 µm nach einer Wärmebehandlung von 300 °C. Neben der Abnahme der Eindringtiefe werden die Scherbänder zudem schmaler und ihre Breite nimmt auf einen Wert von 3,5 µm ab. Nach einer Wärmebehandlung von 450 °C tritt nahezu keine Scherbandbildung mehr auf. Der Effekt der Abnahme der Scherbandbildung mit zunehmender Wärmebehandlungstemperatur wurde durch die 3D Lasermessungen bestätigt, in denen die wärmebehandelten Proben kaum bis gar keine Aufrauung der gebogenen Oberfläche aufweisen (Abb. 4.37).

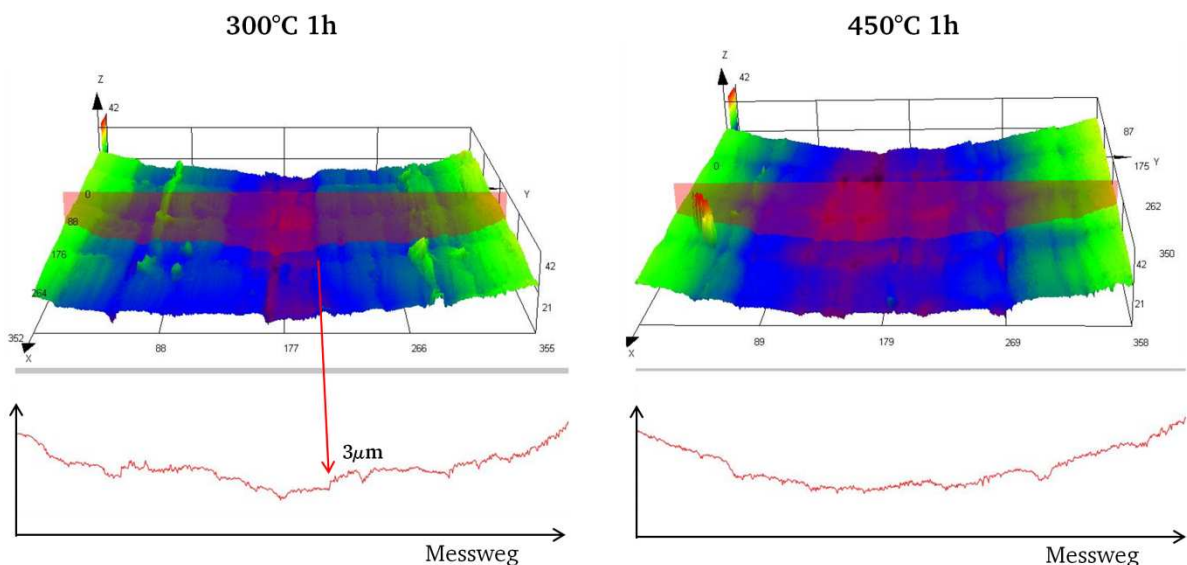


Abb. 4.37: 3D-Lasermikroskopaufnahmen im Biegebereich der Flansche des ZStE500 nach den verschiedenen Wärmebehandlungen: 1h bei 300 °C (links) und 1h bei 450 °C (rechts)



In Tabelle 4.7 sind die jeweiligen Eindringtiefen und Breiten der Scherbänder sowie die Oberflächenrauheit im Überblick aufgeführt.

Tabelle 4.7: Eindringtiefen, Breiten und Oberflächenrauheit der Scherbänder der Flansche aus ZStE500

|             | Eindringtiefe [ $\mu\text{m}$ ] | Breite [ $\mu\text{m}$ ] | Rauheit [ $\mu\text{m}$ ] |
|-------------|---------------------------------|--------------------------|---------------------------|
| unbehandelt | 180                             | 6,5                      | 4,5-5                     |
| 300 °C 1h   | 90                              | 3,5                      | 3                         |
| 450 °C 1h   | 30                              | 2                        | -                         |

### Biegung des UFG-Gefüges unter Zugbeanspruchung

Eine Biegung des unbehandelten UFG-Gefüges unter Zugbeanspruchung zeigt, dass es zu einem Aufreißen der Korngrenzen kommt (Abb. 4.38). Die Risse treten entlang der Kornstreckungsrichtung auf und verlaufen somit in der gleichen Ebene, wie es bereits in den Bruchflächen der Zugproben beobachtet wurde. Im Gegensatz zur Biegung unter Druckbeanspruchung tritt hier keine Scherbandbildung ein.

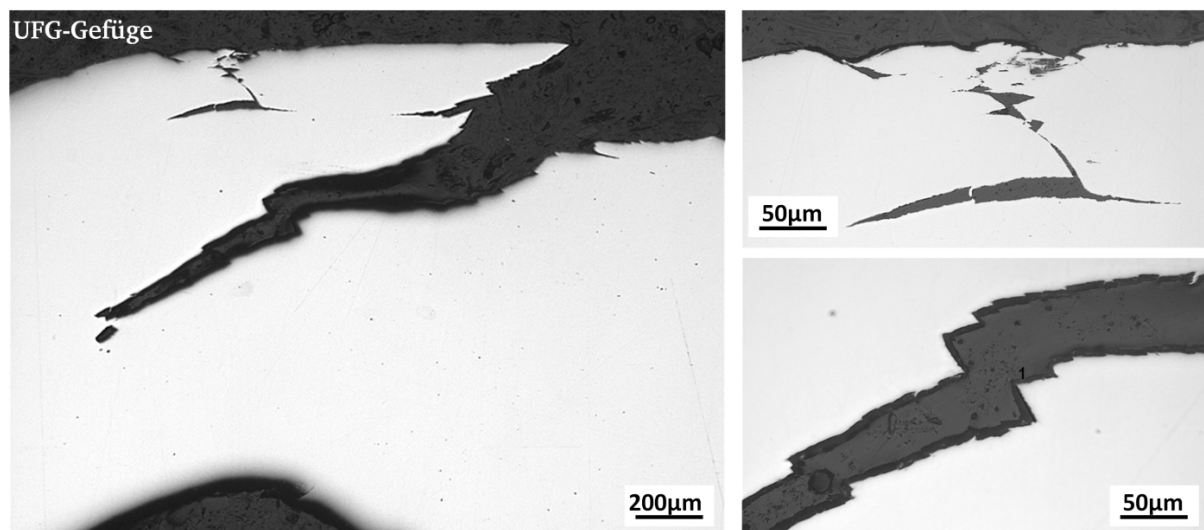


Abb. 4.38: Querschliffe der gebogenen Flansch-Biegeproben aus ZStE500 mit dem UFG-Gefüge unter Zugbeanspruchung

## 4.9 Mechanische Eigenschaften von Spaltbiegeprofilen aus DD11

### 4.9.1 Härte

#### Härte des Ausgangsmaterials

Der DD11 besitzt im Anlieferungszustand (Platinenmaterial) eine Härte von 155 HV<sub>0,05</sub>, die im Folgenden als Grundhärte bezeichnet wird. Die gemessene Härte ist richtungsunabhängig und über den Querschnitt des Blechs konstant, sodass in Blechdickenrichtung eine homogene Härte vorliegt.

#### Härte im Spaltbiegeprofil

Für die Spaltbiegeprofile aus DD11 sind neben den Härtemessungen senkrecht zur gespaltenen Oberfläche auch Härtemessungen parallel zur Oberfläche dargestellt (Abb. 4.39). Ausgehend von dem unverformten Stegbereich steigt die Härte von der anfänglichen Grundhärte auf einen Wert von 320 HV<sub>0,05</sub> an der gespaltenen Oberfläche des gedünnten Bereiches (Abb. 4.39, links) und geht anschließend nahezu in ein Plateau über, das sich über den Spaltgrund bis in den Flansch erstreckt. Mit zunehmendem Abstand zur Oberseite liegt die gemessene Härte des Plateaus bei geringeren Werten. Richtung Flanschspitze nimmt die Härte in allen 3 Messtiefen stetig ab und erreicht einen Wert von 220 HV<sub>0,05</sub>, der deutlich über dem der Grundhärte liegt.

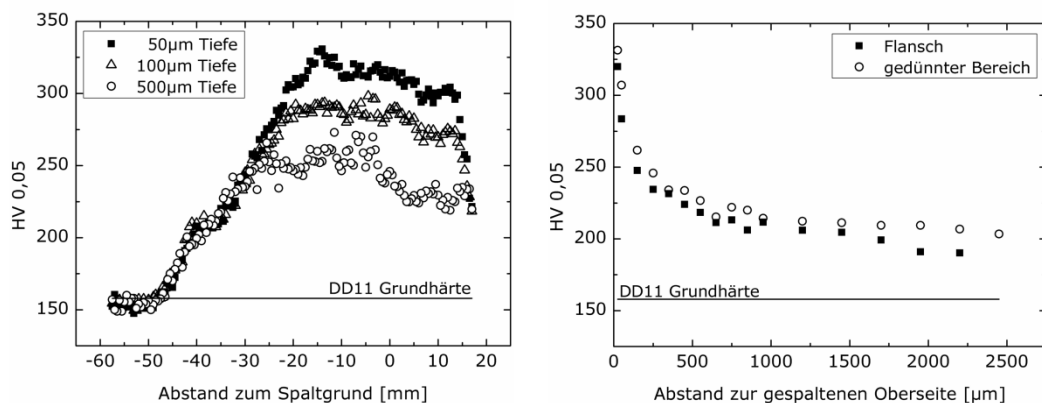


Abb. 4.39: Härtemessungen im Spaltbiegeprofil aus DD11 parallel (links) und senkrecht (rechts) zur gespaltenen Oberfläche

Härtemessungen senkrecht zur gespaltenen Oberfläche im Flansch und im gedünnten Bereich zeigen einen deutlichen Härteabfall mit zunehmendem Abstand zur Oberseite (Abb. 4.39, rechts). Die Härtewerte des gedünnten Bereiches liegen dabei 10 HV<sub>0,05</sub> über denen des Flansches und erreichen an der gespaltenen Oberfläche eine Härte von 330 HV<sub>0,05</sub>.

Die Härtemessungen parallel und senkrecht zur gespaltenen Oberfläche der Spaltbiegeprofile aus DD11 zeigen die gleichen Tendenzen wie die Spaltprofile aus ZStE500 und des rost- und säurebeständigen 1.4016.



#### 4.9.2 Zugversuche

Durch das Spaltbiegen wird die Zugfestigkeit des Ausgangsmaterials um bis zu 85 % im gedünnten Bereich gesteigert (Abb. 4.40). Wie auch bereits in den Härtemessungen gezeigt, besitzt der gedünnte Bereich eine leicht höhere Festigkeit als der Flansch. Mit dem Festigkeitsanstieg ist eine Abnahme der Duktilität im gedünnten Bereich bzw. im Flansch von fast 80 % gegenüber dem Ausgangsmaterial verbunden.

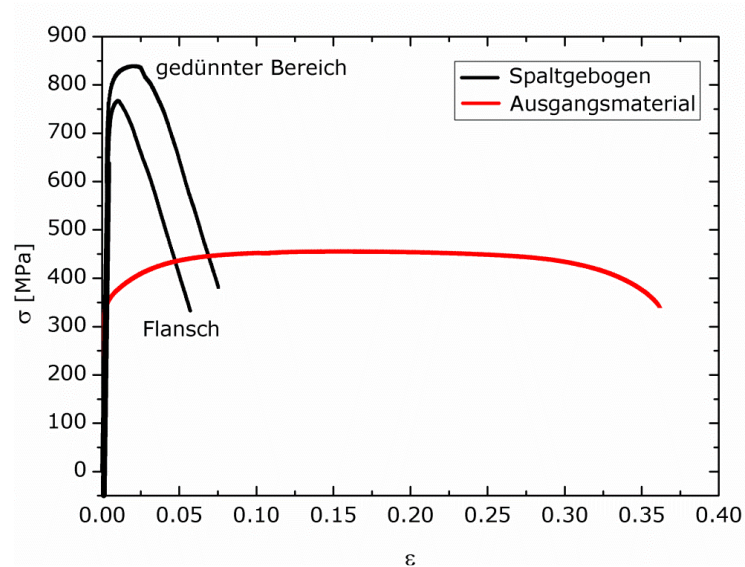


Abb. 4.40: Technische Spannungs-Dehnungs-Kurven des Ausgangsmaterials und des Spaltbiegeprofils aus DD11

Sowohl der Flansch als auch der gedünnte Bereich besitzen eine sehr geringe Gleichmaßdehnung, verformen anschließend im Bereich der Einschnürung jedoch duktil bis zum Bruch. Demnach besitzen neben den Spaltprofilen auch die Zugproben der Spaltbiegeprofile das charakteristische Spannungs-Dehnungs-Verhalten von UFG-Gefügen mit einer hohen Festigkeit, geringer Gleichmaßdehnung aber insgesamt duktilem Umformverhalten. In Tabelle 4.8 sind die mechanischen Kennwerte des Ausgangsmaterials und des Spaltbiegeprofils dargestellt.

Tabelle 4.8: Mechanische Kennwerte der Zugversuche des Spaltbiegeprofils aus DD11

|      |              | $R_{p0,2}$ [MPa] | $R_m$ [MPa] | $A_g$ [%] | $A$ [%] |
|------|--------------|------------------|-------------|-----------|---------|
| DD11 | Platine      | 350              | 450         | 17        | 36      |
|      | ged. Bereich | 790              | 840         | 1,6       | 7       |
|      | Flansch      | 750              | 770         | 0,5       | 5,5     |

Die Aufnahmen der Bruchflächen von der Zugprobe aus dem gedünnten Bereich zeigen, ähnlich wie bei den Bruchflächen der spaltprofilierten Flansche, ein duktiles Bruchverhalten mit einer ausgeprägten Dimplestruktur über die gesamte Bruchfläche (Abb. 4.41, rechts). Zudem weist die Unterseite des gedünnten Bereiches (ohne UFG-

Gefüge) eine Einschnürung auf, wohingegen die Flanschoberseite mit UFG-Gefüge durch die Ausbildung von Sekundärrissen gekennzeichnet ist (Abb. 4.41, links). Diese verlaufen, ebenfalls wie bei den Flanschen der Spaltprofile, parallel zur gespaltenen Oberfläche und somit entlang der langen Achse der UFG-Pancakegefüge.

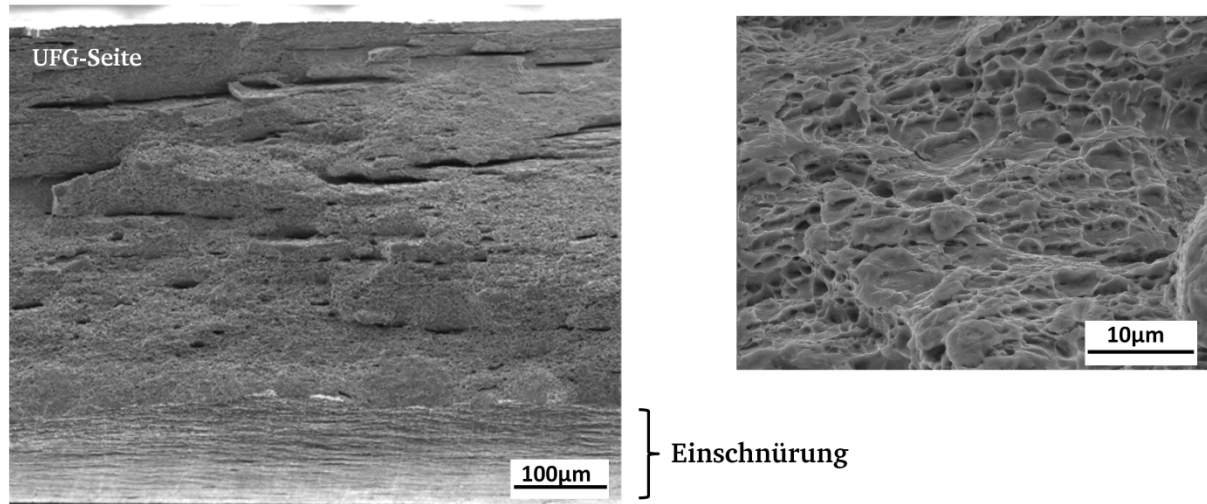


Abb. 4.41: Übersichtsaufnahme der Zugprobe des gedünnten Bereiches des Spaltbiegeprofils aus DD11 (links) und Detailaufnahme der Dimpelstruktur (rechts)

## 4.10 Mechanische Eigenschaften von HPT-Proben aus ZStE500

### 4.10.1 Härte

#### Härte im Ausgangszustand

Die Härtemessungen der HPT-Proben aus ZStE500 wurden ausgehend von der Probenmitte radial durchgeführt. Betrachtet wurden der gestauchte Referenzzustand (keine Umdrehung), die Proben mit einer viertel Umdrehung ( $n=0,25$ ) sowie die Proben mit einer halben Umdrehung ( $n=0,5$ ) (Abb. 4.42, links). Die gestauchte Probe ohne Umdrehung besitzt über den gesamten Querschnitt der Probe eine konstante Härte von 240 HV<sub>0,05</sub>. Die HPT-Probe nach einer viertel Umdrehung weist einen deutlichen Gradienten in der Härte auf. Ausgehend von der Probenmitte steigt die Härte von 240 HV<sub>0,05</sub> mit zunehmendem Radius und somit zunehmender Dehnung an und erreicht im äußersten Bereich der Probe ( $r=17$  mm) einen Wert von 450 HV<sub>0,05</sub>. Dies entspricht einer Härtesteigerung von 88 %. Im Vergleich dazu führt die Verformung nach einer halben Umdrehung zu einem noch steileren Härtegradienten, der im äußersten Probenbereich einen maximalen Wert von 550 HV<sub>0,05</sub> und einen Härteanstieg von 130 % erreicht.

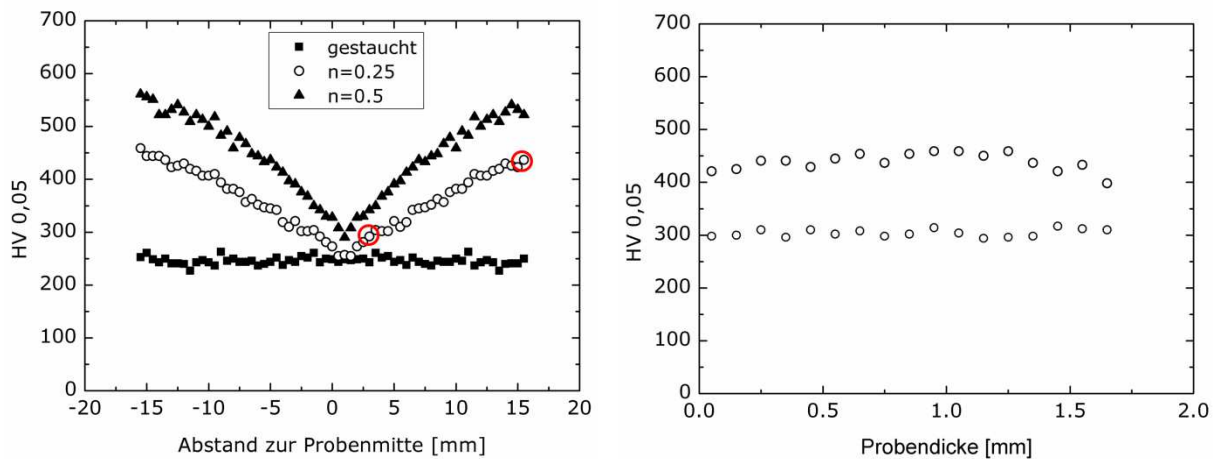


Abb. 4.42: Radiale Härtemessungen in den HPT-Proben aus ZStE500 im gestaucht Zustand und nach verschiedenen Umdrehungsstufen (links) und über die Probendicke an den 2 markierten Radienbereichen (rechts)

Um zu überprüfen, welche Eigenschaften die Proben in Dickenrichtung besitzen, wurden im inneren sowie im äußeren Probenbereich Härtemessungen über die Probendicke durchgeführt. Die Ergebnisse sind beispielhaft für die Probe mit  $n=0,25$  dargestellt (Abb. 4.42, rechts), wobei die ausgewählten Radien/Positionen für die Dickenmessungen in Abb. 4.42 rot markiert sind. Die Messungen zeigen bei dem jeweiligen Radius eine konstante Härte über die Probendicke, sodass ein Gradient in der Härte lediglich in radialer Richtung vorliegt, die Härte über die Probendicke jeweils konstant ist. Dieses Erkenntnis konnte auch an der Probe mit  $n=0,5$  gewonnen werden.

Die Härte in den Spaltprofilen aus ZStE500 erreicht an der Flanschoberseite einen Wert von 380 HV<sub>0,05</sub> (siehe Abb. 4.27) und liegt somit innerhalb der Härtegradienten der beiden HPT-Proben.

### Härte nach Wärmebehandlung

Die Härtemessungen der HPT-Proben nach einer Wärmebehandlung bei 450 °C für 1 h wurden ebenfalls ausgehend von der Probenmitte radial durchgeführt. Die Probe nach einer viertel Umdrehung zeigt durch die Wärmebehandlung eine Abnahme in der Härte über den gesamten Probenbereich (Abb. 4.43, links). Die geglühte HPT-Probe mit  $n=0,5$  zeigt dagegen keinen signifikanten Härteunterschied zur unbehandelten HPT-Probe, sodass durch die Wärmebehandlung kaum Erholungseffekte eingetreten sind (Abb. 4.43, rechts).

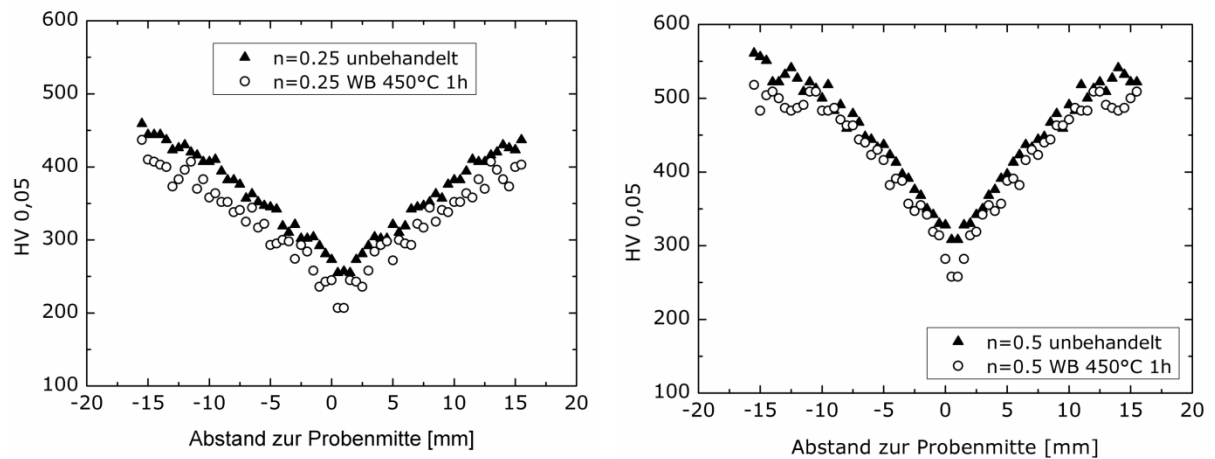


Abb. 4.43: Radiale Härtemessungen in den HPT-Proben  $n=0,25$  (links) und  $n=0,5$  (rechts) aus ZStE500 nach einer Wärmebehandlung für 1h bei 450 °C

#### 4.10.2 Zugversuche

Die Zugproben der HPT-Proben nach einer viertel und einer halben Umdrehung wurden jeweils aus dem Radienbereich zwischen  $r=6\text{--}10\text{ mm}$  entnommen. Die HPT-Umformung führt nach einer viertel Umdrehung im Vergleich zum Ausgangsmaterial zu einem Festigkeitsanstieg von 90 %. Durch eine halbe Umdrehung wird die Festigkeit um 130 % gesteigert (Abb. 4.44).

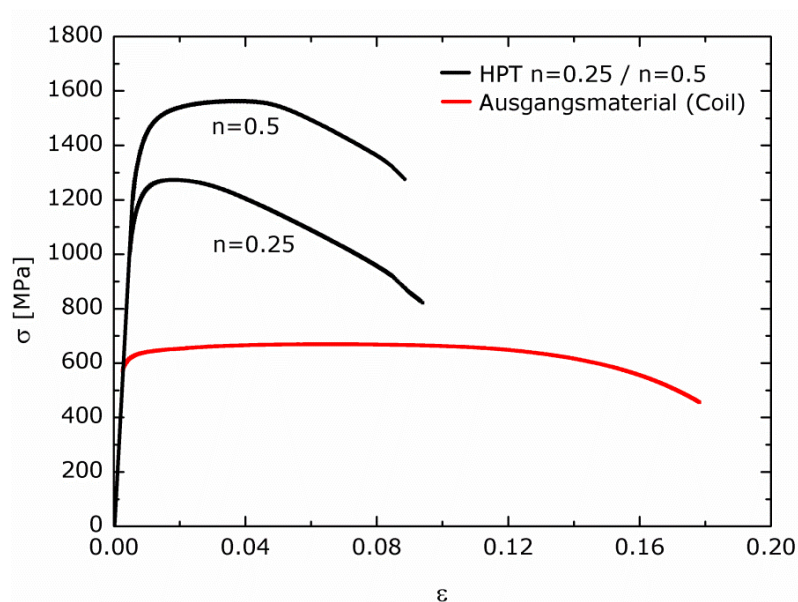


Abb. 4.44: Technische Spannungs-Dehnungs-Kurven der HPT-Proben aus ZStE500

Die Spannungs-Dehnungskurve der Zugprobe  $n=0,25$  liefert eine Gleichmaßdehnung von 1,2 %, die im Vergleich zur Gesamtdehnung der Probe von 9 % einen geringen Anteil ausmacht (Tabelle 4.9). Nach Einsetzen der Einschnürung verformt sich die

Probe in diesem Bereich bis zum Bruch duktil weiter. Die Zugprobe  $n=0,5$  besitzt dagegen eine deutlich höhere Gleichmaßdehnung.

Tabelle 4.9: Mechanische Kennwerte der Zugversuche an HPT-Proben aus ZStE500

|         |          | $R_{p0,2}$ [MPa] | $R_m$ [MPa] | $A_g$ [%] | $A$ [%] |
|---------|----------|------------------|-------------|-----------|---------|
|         | Coil     | 620              | 670         | 6         | 17      |
| ZStE500 | $n=0,25$ | 1180             | 1270        | 1,2       | 9,0     |
|         | $n=0,5$  | 1380             | 1560        | 2,7       | 8,2     |

Im Vergleich zu den Zugproben der Spaltprofile aus ZStE500 besitzt die hier gezeigte HPT-Probe mit  $n=0,25$  tendenziell das gleiche Umformverhalten mit ähnlich hoher Festigkeit, geringer Gleichmaßdehnung, aber einem hohen Dehnungsanteil bis zum Bruch. Das Bruchbild der HPT-Probe nach einer viertel Umdrehung bestätigt das duktile Umformverhalten der Zugkurven in Form einer ausgeprägten Dimpelstruktur über die gesamte Bruchfläche (Abb. 4.45, rechts). Zudem treten, ebenfalls wie bei den Flansch-Zugproben, Sekundärrisse auf, die in der Ebene parallel zur Zugachse verlaufen (Abb. 4.45, links). Die Zugprobe nach einer halben Umdrehung weist das gleiche Bruchbild auf wie die hier gezeigte Probe mit  $n=0,25$ .

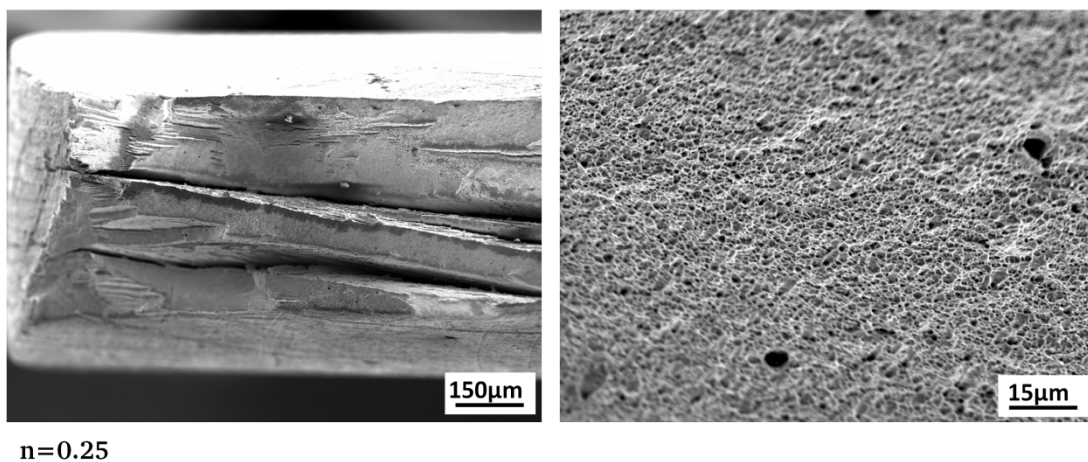


Abb. 4.45: Übersichtsaufnahme der HPT-Zugprobe  $n=0,25$  aus ZStE500 (links) und Detailaufnahme der Dimpelstruktur (rechts)

#### 4.10.3 3-Punkt-Biegung

Die 3-Punkt-Biegeversuche an den HPT-Proben im unbehandelten Zustand führten bereits bei sehr geringem Biegewinkel zu einem Scherbruch, sodass an diesen Proben keine weiteren Untersuchungen durchgeführt werden konnten.

Durch eine Wärmebehandlung von 450 °C für 1 h (identisch zum Flanschmaterial aus ZStE500) konnten die Biegestäbchen der HPT-Proben mit  $n=0,25$  und  $n=0,5$  bis zu dem gewünschten Biegewinkel von 25° gebogen werden. Die Gefügaufnahmen zei-



gen, dass in beiden HPT-Proben durch die Biegung eine Scherbandbildung unter einem Winkel von  $45^\circ$  zur Biegeachse auftritt (Abb. 4.46), wie es bereits in dem Flanschmaterial der Spaltprofile aus ZStE500 beobachtet wurde.

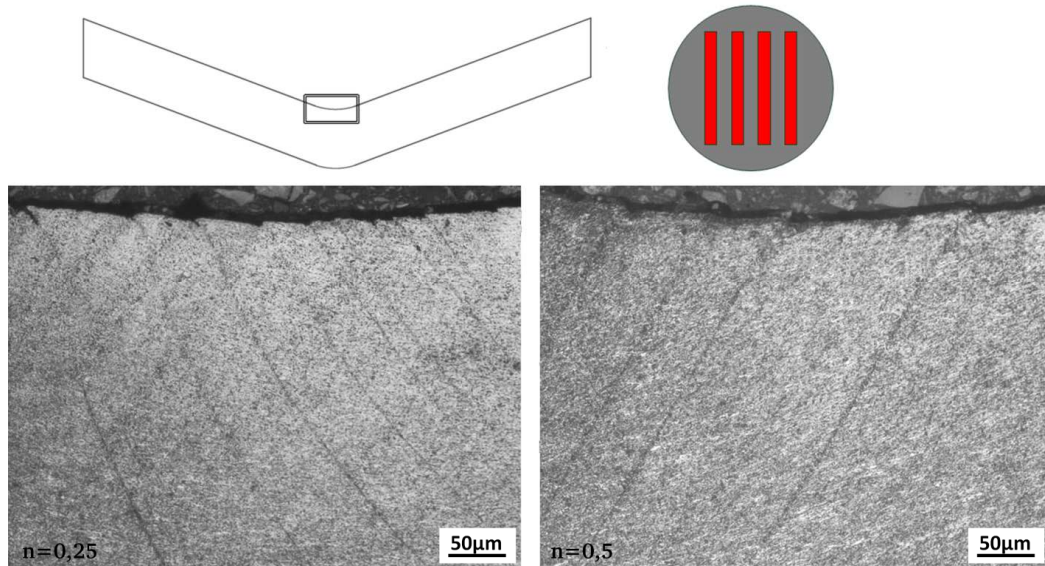


Abb. 4.46: Querschliffe der gebogenen HPT-Biegeproben aus ZStE500 mit  $n=0,25$  (links) und  $n=0,5$  (rechts) nach einer Wärmebehandlung bei  $450^\circ\text{C}$  für 1h

Die Scherbänder reichen in der HPT-Probe mit einer viertel Umdrehung bis in eine Tiefe von  $600\text{ }\mu\text{m}$  und besitzen eine Breite von bis zu  $3\text{ }\mu\text{m}$ . Die Probe mit einer halben Umdrehung weist eine etwas schwächer ausgeprägte Scherbandstruktur auf, bei der die Scherbänder bis in eine Tiefe von  $500\text{ }\mu\text{m}$  gebildet wurden und eine Breite von bis zu  $2,5\text{ }\mu\text{m}$  besitzen.

Die Breite der Scherbänder in den wärmebehandelten HPT-Proben aus ZStE500 sind mit den Scherbandbreiten im unbehandelten Flanschmaterial der Spaltprofile vergleichbar, wohingegen ihre Tiefenreichweite um den Faktor 4 über der Tiefenreichweite der Flansche liegt.

## 4.11 Mechanische Eigenschaften von ECAP-Proben aus ZStE500

### 4.11.1 Härte

Die Härtemessungen wurden an ECAP-Proben nach einem ( $N=1$ ) bzw. zwei Umformschritten ( $N_c=2$ ) über die Probenbreite durchgeführt (Abb. 4.47). Beide Proben weisen eine konstante Härte von  $300\text{ HV}_{0,05}$  auf, wobei die Probe mit  $N=1$  eine tendenziell niedrigere Härte zeigt. Die Härte fällt bei beiden Proben Richtung Unterseite ab und erreicht fast den Wert der Grundhärte von  $250\text{ HV}_{0,05}$ . Dieser Abfall in der Härte ist auf den Corner Gab Effekt zurückzuführen, durch den das Material im unteren Bereich des Scherkanals eine geringere Scherdehnung erfährt als das restliche Material (siehe Kapitel 2.2.1).

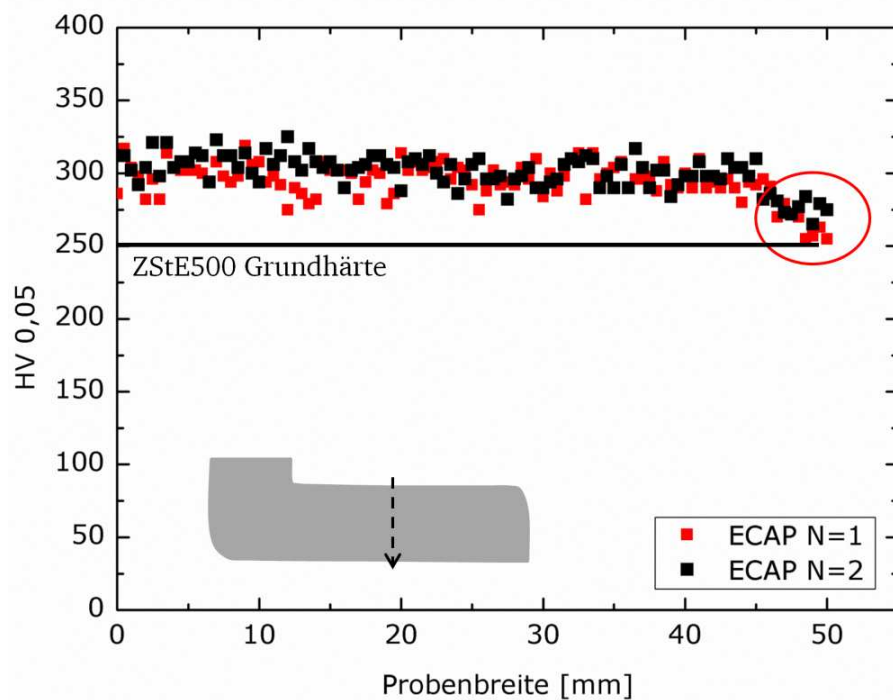


Abb. 4.47: Härtemessungen in den ECAP-Proben aus ZStE500 nach einem ( $N=1$ ) bzw. zwei ( $N_c=2$ ) Umformschritten

Die Ergebnisse der Härtemessungen zeigen, dass sich die beiden Proben  $N=1$  und  $N_c=2$  in ihrer mittleren Härte nicht signifikant voneinander unterscheiden und sie neben dem auftretenden Härteabfall durch den Corner Gap eine homogene Härte über die Probendicke besitzen. Diese Härte von 300 HV0,05 liegt in guter Übereinstimmung mit der Härte der Flanschunterseite der Spaltprofile aus ZStE500 (siehe Abb. 4.27).

#### 4.11.2 Zugversuche

Die Spannungs-Dehnungskurven der ECAP-Proben aus ZStE500 zeigen, dass sie ein richtungsabhängiges Umformverhalten besitzen (Abb. 4.48). Die Zugproben, die senkrecht zur oberen Probenkante entnommen wurden, weisen durch die ECAP-Umformung im Vergleich zum Ausgangsmaterial eine Festigkeitssteigerung von 34 % auf und besitzen ein ausgeprägtes Verfestigungsvermögen. Mit zunehmender Anzahl an Umformschritten nimmt die Festigkeit der Proben zu, gleichzeitig nimmt die Duktilität ab (Abb. 4.48, links).

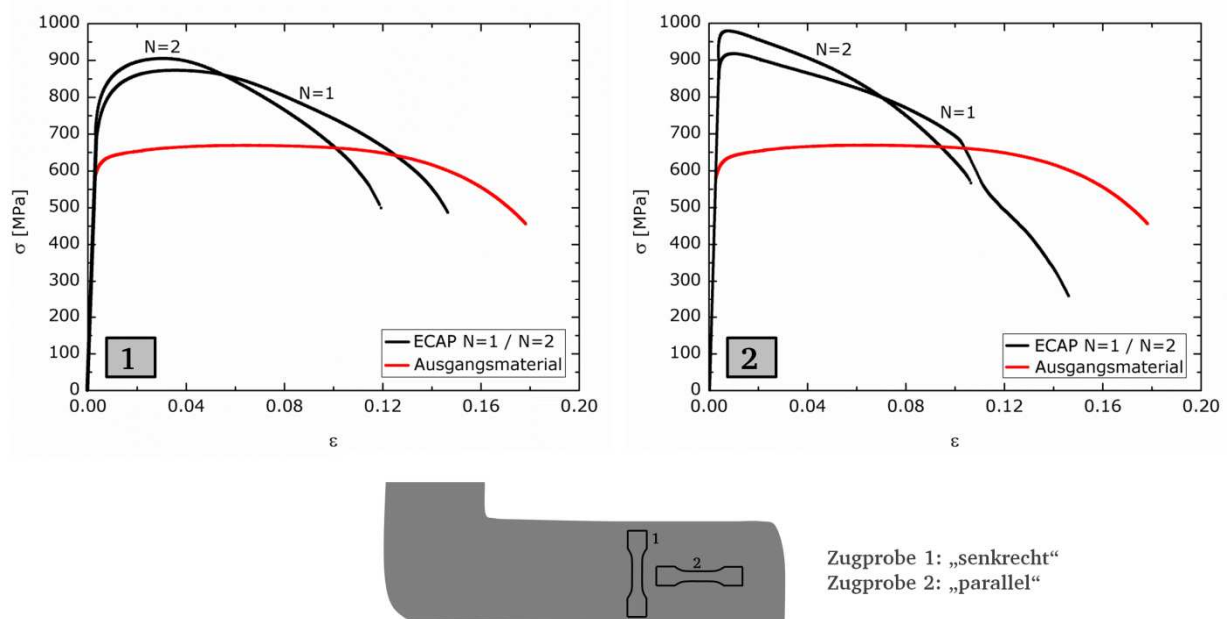


Abb. 4.48: Technische Spannungs-Dehnungs-Kurven der ECAP-Proben aus ZStE500 mit senkrechter (links) und paralleler Orientierung (rechts) zur oberen Probenkante

Die Zugproben, die nach den ECAP-Versuchen parallel zur oberen Probenkante entnommen wurden, zeigen eine Festigkeitssteigerung von 50 % gegenüber dem Ausgangsmaterial und besitzen ein sehr geringes Verfestigungsvermögen bzw. eine geringe Gleichmaßdehnung (Abb. 4.48, rechts). Nach Einsetzen der Einschnürung verformen sich die Proben duktil weiter und erreichen einen hohen Anteil an Dehnung bis zum Bruch. Mit zunehmender Anzahl an Umformschritten nehmen die Gleichmaßdehnung sowie die Bruchdehnung weiter ab. In Tabelle 4.10 sind die mechanischen Kennwerte der verschiedenen ECAP-Proben im Überblick dargestellt.

Tabelle 4.10: Mechanische Kennwerte der Zugversuche an ECAP-Proben aus ZStE500

|           |         | $R_{p0,2}$ [MPa] | $R_m$ [MPa] | $A_g$ [%] | $A$ [%] |
|-----------|---------|------------------|-------------|-----------|---------|
| senkrecht | N=1     | 770              | 870         | 2,8       | 14,5    |
|           | $N_c=2$ | 800              | 900         | 2,5       | 11,8    |
| parallel  | N=1     | 915              | 920         | 0,55      | 15,5    |
|           | $N_c=2$ | 978              | 980         | 0,45      | 10,5    |

Obwohl das Umformverhalten der ECAP-Proben stark richtungsabhängig ist, weisen die Bruchflächen keine Unterschiede auf (Abb. 4.49). Die Aufnahmen zeigen beispielhaft die Bruchflächen der Zugproben nach  $N_c=2$ , die senkrecht (links) und parallel (rechts) zur oberen Probenkante entnommen wurden. Beide Proben weisen eine ausgeprägte Einschnürung und Dimpelstruktur auf, die das duktile Umformverhalten in den Spannungs-Dehnungskurven bestätigen. Anders als in den Flansch- und HPT-

Zugproben des ZStE500 treten hier keine Sekundärrisse in den Bruchflächen der ECAP-Proben auf, wobei diese im Gegensatz zu den anderen Proben kein UFG-Gefüge besitzen.

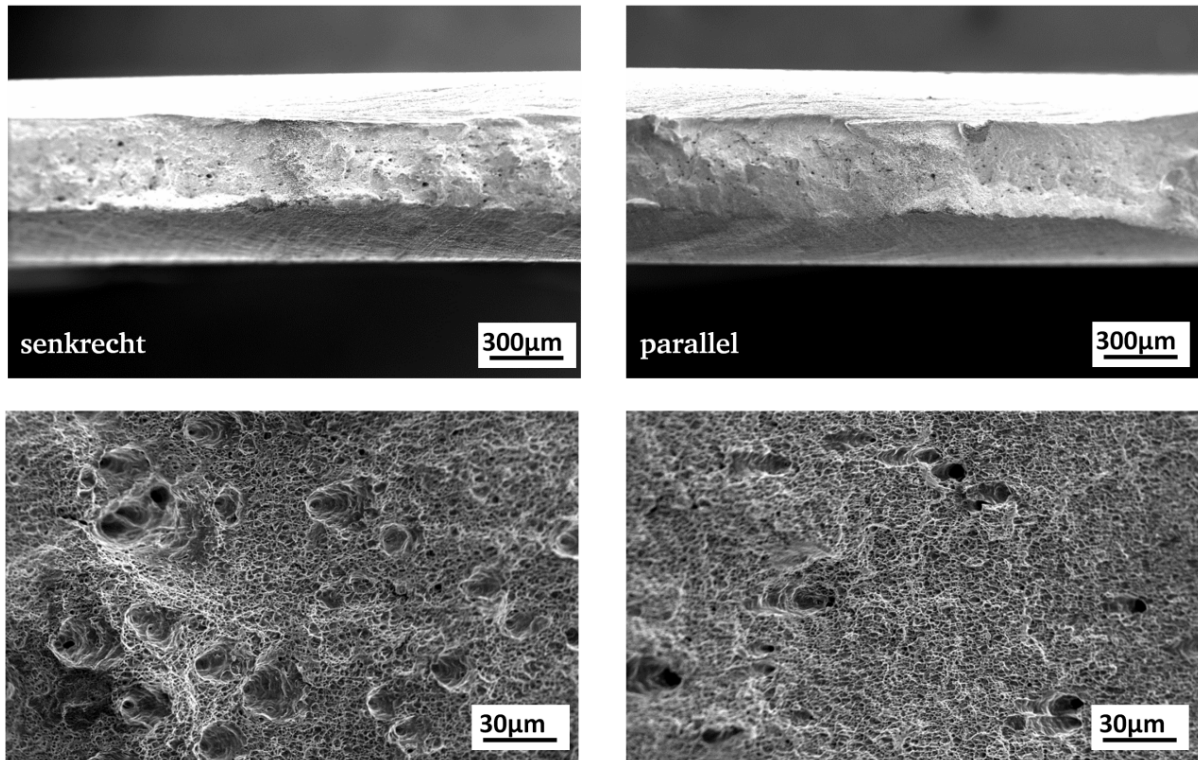


Abb. 4.49: Übersichts- und Detailaufnahmen der ECAP-Zugprobe ( $N_c=2$ ) aus ZStE500 mit senkrechter (links) und paralleler Orientierung (rechts) zur oberen Probenkante

## 5 Diskussion

### 5.1 Entstehung und Eigenschaften des UFG-Gefüges in Spaltprofilen

#### Entwicklung der Prozesszone

Die Entwicklung der Prozesszone bzw. die Ausbildung des UFG-Gefüges innerhalb der Prozesszone von Spaltprofilen wurde erstmals in dieser Arbeit untersucht. Die Ergebnisse zeigen, dass die Entstehung des UFG-Gefüges im ZStE500 während des Spaltprofilierprozesses unmittelbar nach der Formfüllung des Walzensystems einsetzt (Stich 2). Innerhalb der Prozesszone beginnt ab Stich 2 die Ausbildung eines UFG-Gefüges ausgehend von der gespaltenen Oberfläche in Tiefenrichtung. Mit zunehmender Spalttiefe verfeinert sich die Struktur des bereits ausgebildeten UFG-Gefüges zunehmend und die Tiefenreichweite des neu gebildeten UFG-Gefüges wird erhöht. Dieser Vorgang setzt sich während des Spaltprozesses kontinuierlich fort, bis ab Stich 5 eine vollständig ausgeprägte Prozesszone im Steady State erreicht ist und sich die Gefügeabmessungen und die Tiefenreichweite des UFG-Gefüges nicht mehr ändern. Nach Stich 2 weist die Mikrostruktur des Spaltprofils aus ZStE500 in einer Tiefe von  $150\text{ }\mu\text{m}$  noch kein UFG-Gefüge auf, sondern liegt im kaltverfestigten Zustand vor. In diesem Zustand besitzt das Gefüge eine ausgeprägte Subkornstruktur, die überwiegend aus Korngrenzen mit einer sehr geringen Fehlorientierung zwischen  $2\text{--}5^\circ$  besteht (Abb. 5.1).

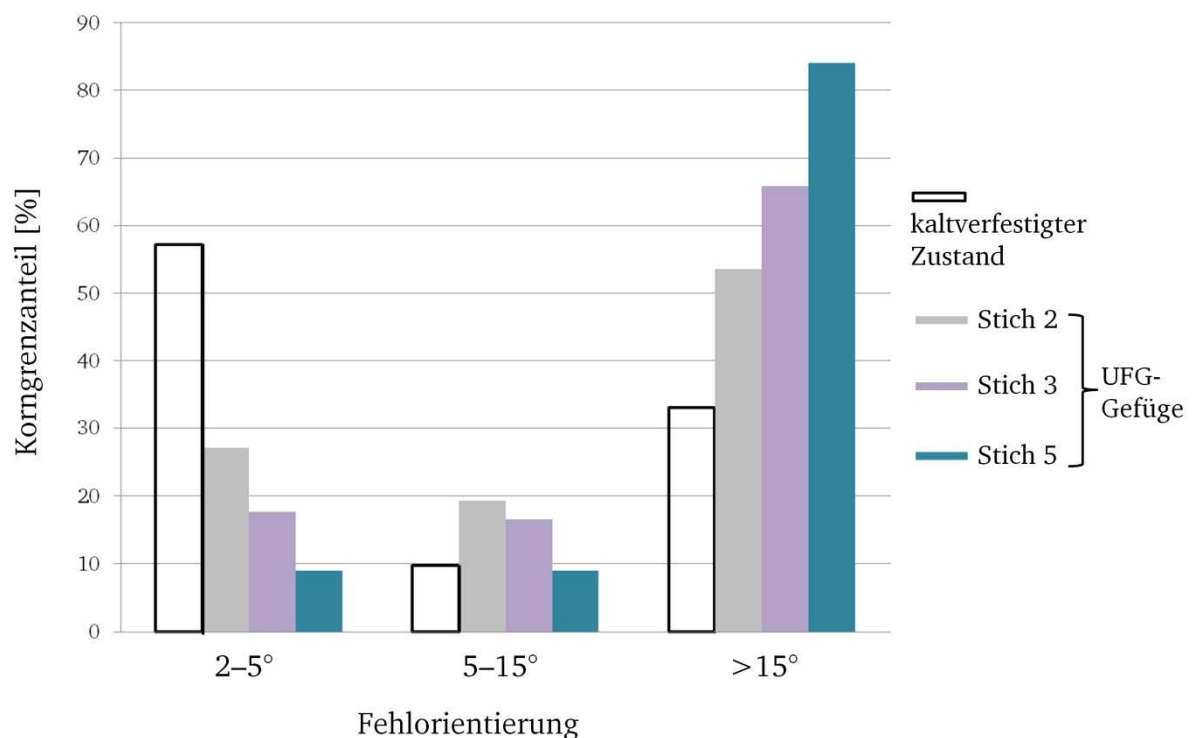


Abb. 5.1: Anteile der Korngrenzen mit verschiedenen Fehlorientierungen nach den einzelnen Stichen der Spaltprofile aus ZStE500



---

Im oberflächennahen Bereich der Prozesszone (ca.  $40\ \mu\text{m}$  Tiefe) wird dagegen nach Stich 2 bereits ein UFG-Gefüge ausgebildet, das sich in der Korngrenzstruktur deutlich von dem kaltverfestigten Zustand unterscheidet. Je mehr Dehnung der Werkstoff in der Prozesszone erfährt, desto geringer wird der Anteil an „incidental dislocation boundaries“ (IDB's) mit einer Fehlorientierung zwischen  $2\text{--}5^\circ$ . Gleichzeitig treten in der Subkornstruktur des UFG-Gefüges im Vergleich zum kaltverfestigten Zustand immer mehr geometrisch notwendige Kleinwinkelkorngrenzen (GNB's) mit einer Fehlorientierung zwischen  $5\text{--}15^\circ$  auf. Durch die zunehmende Dehnung werden die verformungsinduzierten Versetzungen in den geometrisch notwendigen Korngrenzen (GNB) gespeichert, wodurch die Gitterrotation zur Anpassung der Gleitsysteme ermöglicht wird [Hug03]. Mit zunehmender Anzahl an Stichen und somit eingebrachter Dehnung nimmt die Fehlorientierung dieser Korngrenzen weiter zu und führt zu einem deutlichen Anstieg des Korngrenzanteils von Korngrenzen mit einer Fehlorientierung  $>15^\circ$  (Großwinkelkorngrenzen). Erreicht das UFG-Gefüge nach Stich 5 den Steady State, in dem sich weder die Gefügestruktur noch die Tiefenreichweite weiter verändern, liegt neben dem dominierenden Anteil an Großwinkelkorngrenzen von ca. 85 % eine Subkornstruktur vor, die aus gleichen Anteilen von geometrisch notwendigen ( $5\text{--}15^\circ$ ) und statistisch gespeicherten Korngrenzen ( $2\text{--}5^\circ$ ) besteht.

### Umformverhalten der Flansche aus ZStE500

Das Umformverhalten der Flansche aus ZStE500 wurde anhand von Biegeversuchen betrachtet, die zeigen, dass das UFG-Gefüge an den Flanschoberseiten durch eine Zug-Druck-Anisotropie charakterisiert ist.

Wird die Pancakestruktur des UFG-Gefüges unter einer Zugbeanspruchung entlang der Kornstreckungsrichtung belastet, kommt es zu einem Aufreißen der Korngrenzen in der Ebene der Belastungsrichtung. Diese Sekundärrisse wurden in Flanschproben nach Zugversuchen, Biegeversuchen sowie nach Ermüdungsversuchen gefunden.

Die Beanspruchung des UFG-Gefüges unter Druck bzw. die Stauchung der UFG-Pancakes führt dagegen zu einer ausgeprägten Scherbandbildung und somit zu einer lokalisierten Umformung in schmalen Bereichen des UFG-Gefüges. Die FE-Simulationen der Biegeversuche zeigen, dass die neutrale Faser in einer Tiefe von  $240\ \mu\text{m}$  verläuft, bis zu der Druckspannungen vorliegen (siehe Abb. 4.33). Die Eindringtiefe der Scherbänder beträgt dagegen nur  $180\ \mu\text{m}$ , sodass diese nicht im gesamten Druckspannungsbereich der Biegeprobe ausgebildet werden. Vielmehr ist die Scherbandbildung an die Fließspannung des Flanschmaterials geknüpft, die bis in einer Tiefe von  $180\ \mu\text{m}$  erreicht wird.

Die Biegeversuche des Flanschmaterials aus ZStE500, für die die Dehnrates auf  $\dot{\varepsilon}=0,32\ \text{s}^{-1}$  abgeschätzt wurde (siehe Anhang A.2) zeigen, dass lediglich das UFG-Gefüge zu einer Scherlokalisierung neigt, die klassisch kaltverfestigte und grobkörnige Flanschunterseite verformt dagegen bei dieser Dehnrates homogen (Abb. 4.32). Dies zeigt deutlich das unterschiedliche Umformverhalten von Flanschober- und Flanschunterseite, die sowohl Unterschiede in den Korngrößen als auch in der Versetzungsdichte bzw. im Verfestigungsvermögen aufweisen.

---

Die Scherbänder reichen im UFG-Gefüge des ZStE500 bis in eine Tiefe von  $180\text{ }\mu\text{m}$ , in der die effektive Korngröße  $d_{\text{eff}} = 0,34\text{ }\mu\text{m}$  beträgt. Untersuchungen von Ramesh et al. und Wei et al. zeigen, dass in nanostrukturiertem Eisen die Scherbandbildung nur für eine Korngröße  $\leq 300\text{ nm}$  beobachtet wurde und die Korngröße somit einen Einfluss auf die Scherbandbildung besitzt [Ram04, Wei04]. Die in der Literatur gefundene Korngröße von  $300\text{ nm}$  liegt in guter Übereinstimmung mit der effektiven Korngröße des Flansches von  $340\text{ nm}$ . Daraus kann abgeleitet werden, dass die effektive Korngröße eine geeignete Beschreibung für die pancakeartige UFG-Struktur der Flansche ist und diese gut mit UFG-Gefügen verglichen werden kann, die über konventionelle SPD-Verfahren hergestellt werden und deutlich geringere Kornstreckungsgrade besitzen.

Neben der kritischen Korngröße ist auch die Versetzungsdichte ein entscheidender Faktor für die Scherbandbildung. Im Vergleich zu grobkörnigen Metallen besitzen Metalle mit einer ultrafeinkörnigen Struktur, die über SDP-Prozesse hergestellt wurden, eine Versetzungsdichte im Sättigungsbereich und damit verbunden ein stark reduziertes Verfestigungsvermögen [Jia03, Ram04]. Durch die Wärmebehandlungen des Flanschmaterials aus ZStE500 bei  $300\text{ }^{\circ}\text{C}$  und vor allem bei  $450\text{ }^{\circ}\text{C}$  kann die Kaltverfestigung bzw. die Versetzungsdichte reduziert und das Verfestigungsvermögen erhöht werden. Dies führt zu einer weniger stark ausgeprägten Scherbandbildung und die kritische Korngröße für die Scherbandbildung nimmt ab. Durch die Wärmebehandlung bei  $300\text{ }^{\circ}\text{C}$  wird die Eindringtiefe der Scherbänder um  $50\text{ }\%$  von  $180\text{ }\mu\text{m}$  auf  $90\text{ }\mu\text{m}$  reduziert. Die effektive Korngröße und somit die kritische Korngröße für die Scherbandbildung beträgt in dieser Tiefe nur noch  $0,25\text{ }\mu\text{m}$ . Eine weitere Reduzierung der Versetzungsdichte bei einer Wärmebehandlung von  $450\text{ }^{\circ}\text{C}$  führt sogar zu einer nahezu homogenen Umformung des UFG-Gefüges (Abb. 4.36).

Die mikrostrukturellen Untersuchungen innerhalb des Scherbandes des ZStE500 zeigen, dass die gestreckten Körner des UFG-Gefüges senkrecht zur Kornstreckungsrichtung segmentieren und das Gefüge seine geometrische Ausrichtung ändert. Eine Kornfeinung innerhalb auftretender Scherbänder in grobkörnigem Eisen bzw. Edelstahl wurde bereits von Wei et al. und Meyers et al. beobachtet [Wei02, Mey03]. Das gleichachsige und texturfreie Gefüge in den Scherbändern führte zu der Erkenntnis, dass durch die Umformung mit sehr hohen Dehnraten die enorme Verformungsenergie bzw. -temperatur eine dynamische Rekristallisation verursachte und somit in den Scherbändern ein Gefüge im submikrokristallinen Bereich entstand. Aufgrund der vergleichsweise niedrigen Dehnraten und der Umformung bei Raumtemperatur sind dynamische Rekristallisationseffekte in dem UFG-Gefüge der in dieser Arbeit betrachteten Flansche als Ursache für die Kornfeinung jedoch auszuschließen.

Ein dominierender Umformmechanismus von nanokristallinen Materialien ist das Korngrenzgleiten. Mittels TEM-Untersuchungen konnte in der Literatur für verschiedene UFG-Materialien, die über die SPD-Verfahren hergestellt wurden, ein Nicht-Gleichgewicht-Zustand der Korngrenzen nachgewiesen werden. In den Korngrenzen ist durch die eingebrachten hohen Dehnungen ein Überschuss an Versetzungen gespeichert, die geometrisch für die Ausbildung der Korngrenzen nicht notwendig sind [Yan10, Mug03]. Begünstigt durch diese überschüssigen Versetzungen läuft in den UFG-Gefügen bevorzugt das Korngrenzgleiten ab, wodurch ganze Kornpakete rotieren

und sich zu Scherbändern zusammenlagern können. Anhand von Texturanalysen der umgeformten Bereiche in UFG-Gefügen kann nachgewiesen werden, ob die Verformung über eine klassische Versetzungsbewegung durch das Korn oder über die versetzungsfreie Umformung entlang von Korngrenzen (Korngrenzgleiten) erfolgte. Die Versetzungsbewegung entlang gezielter und für das jeweilige Kristallsystem charakteristischer Gleitebenen führt zu einer bevorzugten Orientierung der Körner und somit zu einer Verformungstextur. Das Korngrenzgleiten hingegen führt zu keiner scharfen Textur, sondern eher zu einer statistisch verteilten Kornorientierung [Iva12, Mar03]. Die Mikrostruktur der Scherbänder im UFG-Gefüge der Flansche aus ZStE500 konnte durch die EBSD-Messung nur limitiert aufgelöst werden. Eine genauere Betrachtung der IPF-Darstellung anhand der Farbkodierung lässt jedoch ansatzweise erkennen, dass sich innerhalb des Scherbandes die Orientierung der Körner im Vergleich zum unverformten angrenzenden UFG-Gefüge leicht verändert (Abb. 5.2). Die Körner im Scherband weisen eine bevorzugte Orientierung in 101-Richtung auf (grüne Farbkodierung).

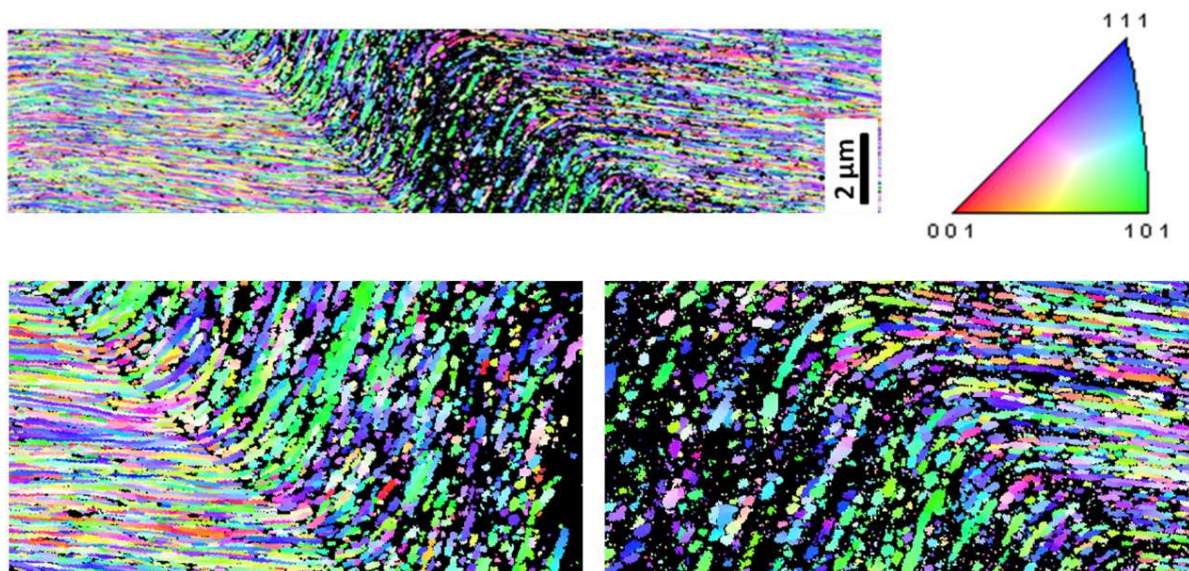


Abb. 5.2: IPF-Darstellung mit Farbkodierung der Orientierungen eines Scherbandes im UFG-Gefüge des Spaltprofils aus ZStE500

Die Änderung in der Vorzugsorientierung der Körner und die Segmentierung der gestreckten Pancakes deuten auf eine Versetzungsbewegung hin, die in Zusammenhang mit der Scherbandbildung stattgefunden hat. Obwohl das UFG-Gefüge als auch die Kaltverfestigung in den Flanschen der Spaltprofile im gesättigten Bereich liegen, können durch die Biegung neue, bisher inaktive Gleitsysteme aktiviert werden, wodurch eine Versetzungsbewegung nicht ganz auszuschließen ist. Die Untersuchungen zur Entstehung der Prozesszone ergaben zudem, dass die UFG-Struktur im Bereich der Flanschoberseite geometrisch nicht notwendige Korngrenzen besitzt (ca. 10 % Korngrenzanteil, Abb. 5.1), durch die die Kornrotation von mehreren Pancakelagen vereinfacht ablaufen kann und sich die Pancakes geometrisch in Scherrichtung ausrichten können.

Die auftretende Dehnung innerhalb der Scherbänder kann über die Stufenhöhe der aufgerauten Flanschoberseite und der Scherbandbreite berechnet werden [Mey03]. Im unbehandelten Biegestäbchen des Flansches beträgt die Stufenhöhe maximal  $5\text{ }\mu\text{m}$ , die Scherbänder besitzen eine Breite von  $6,5\text{ }\mu\text{m}$ . Daraus lässt sich innerhalb der Scherbänder eine Dehnung von  $\varepsilon=0,77$  und eine lokale Dehnrates von  $\dot{\varepsilon}=1,63\text{ s}^{-1}$  abschätzen. Diese lokale Dehnrates in den schmalen Scherbandbereichen liegt um eine Größenordnung über dem Wert, der zunächst für den gesamten Biegebereich abgeschätzt wurde ( $\dot{\varepsilon}=0,32\text{ s}^{-1}$ ). Im Vergleich dazu werden in der Literatur Dehnrates zwischen  $10^4\text{--}10^6\text{ s}^{-1}$  angegeben, bei denen in grobkörnigen Gefügen die Scherbandbildung typischerweise einsetzt. Die lokale Dehnrates im UFG-Gefüge der Flansche liegt somit um einige Größenordnungen darunter, wodurch deutlich wird, welchen Einfluss die Korngröße und auch die hohe Versetzungsdichte auf den Umformmechanismus besitzen. Jia et al. fanden an nanostrukturiertem Eisen mit einer Korngröße von  $80\text{ nm}$  sogar bei einer noch geringeren Dehnrates von  $\dot{\varepsilon}=10^{-4}\text{ s}^{-1}$  (quasistatische Druckversuche) eine Scherbandbildung [Jia03].

In UFG-Werkstoffen wurde in Zusammenhang mit der Scherbandbildung der Begriff von „Mikroscherbändern“ eingeführt. Die Korngrößen von UFG-Werkstoffen liegen anders als bei grobkörnigen Werkstoffen generell deutlich unter der Breite von Scherbändern, sodass die Mikroscherbänder wie folgt definiert sind (Gleichung 5.1) [Sab08, Yan10]:

$$\frac{\text{Scherbandbreite}}{\text{Korngröße}} = 1 - 10 = \text{Mikroscherband} \quad \text{Gleichung 5.1}$$

Das berechnete Verhältnis von der Scherbandbreite und der effektiven Korngröße im UFG-Gefüge der Flansche liefert einen Wert von 19, sodass in diesem Fall nicht von Mikroscherbändern gesprochen werden kann. Der Vergleich von Scherbandbreite ( $6,5\text{ }\mu\text{m}$ ) und Pancakedicke ( $0,2\text{ }\mu\text{m}$ ) zeigt allerdings deutlich die Zusammenlagerung mehrerer Kornpakete für die Ausbildung der Scherbänder.

Die Flanschoberseiten der Spaltprofile zeichnen sich durch eine geringe Oberflächenrauigkeit von  $R_a=0,3\text{ }\mu\text{m}$  aus, weshalb sich die Spaltprofile sehr gut für Linearführungen eignen [Schu12]. Die Ausbildung der Scherbänder führt zu einer deutlichen Aufrauung der Oberfläche, die stellenweise bis zu  $5\text{ }\mu\text{m}$  beträgt. Diese Stufenbildung an der Oberfläche ist mit einer erhöhten Kerbwirkung verbunden, die für anschließende Belastungen oder weitere Biegeoperationen kritisch sein kann. Durch die Wärmebehandlungen kann zwar die Scherbandbildung und somit die Aufrauung der Flanschoberseite verhindert werden, allerdings führen sie auch zu einem Verlust der Härte und Festigkeit der Profile.



---

## Ergebnisübertragung auf andere höherfeste Stähle

Um zu überprüfen, inwieweit sich die unterschiedlichen Gefüge und mechanischen Eigenschaften der verschiedenen Stähle im Ausgangszustand auf das charakteristische UFG-Gefüge und die Eigenschaftsverteilungen der Stähle im spaltprofilierten Zustand auswirken, wurden neben dem ZStE500 auch Spaltprofile des rost- und säurebeständigen Stahls 1.4016 und des ZStE340 untersucht. Die durch das Spaltprofilieren entstehenden Gefüge und mechanischen Eigenschaften der beiden Stähle sind mit den charakteristischen Eigenschaften der bereits umfassend untersuchten Spaltprofile des ZStE500 vergleichbar. Unabhängig von der im Ausgangszustand vorliegenden Korngröße, Festigkeit und Duktilität führt das Spaltprofilieren der verschiedenen höherfesten Stähle immer zu den gleichen charakteristischen Profileigenschaften. An den Flanschoberseiten entsteht ein pancakeartiges UFG-Gefüge, das in Tiefenrichtung schrittweise in ein klassisch kaltverfestigtes Gefüge übergeht. Verbunden mit dem Gefügegradient ist ein Gradient in den mechanischen Eigenschaften mit maximaler Härte bzw. Festigkeit an den Flanschoberseiten. Obwohl das UFG-Gefüge in den Flanschen nach strenger Definition lediglich im oberen Drittel des Flansches vorliegt, weisen die Proben in den Zugversuchen das typische Umformverhalten von UFG-Gefügen unter einer statischen Zugbelastung auf. Nach Erreichen der hohen Fließgrenze beginnt das Material schon bei sehr geringen Dehnungen ( $A_g < 1\%$ ) lokal einzuschnüren und zeigt nahezu keine Verfestigung. Mit zunehmender Dehnung verformt sich das Material hochduktil, es wird insgesamt nach Eintreten der Einschnürung ein hoher Anteil an Restdehnung erreicht.

Die Bruchflächen der Flansch-Zugproben spiegeln das duktile Umformverhalten in Form einer ausgeprägten Dimpelstruktur wieder, die über die gesamte Flanschdicke zu beobachten ist. Auffällig sind zudem die aufgeweiteten Rissflanken parallel zur Zugachse bzw. entlang der Kornstreckungsrichtung der UFG-Pancakes.

Unter einer Druckbeanspruchung, wie beispielsweise bei der Biegung, neigen die UFG-Gefüge zu einer Scherbandbildung, durch die die Oberflächenrauigkeit erhöht wird. Einzelne Stichversuche von Flanschen aus 1.4016 und ZStE340, aber auch von Spaltbiegeprofilen aus DD11 zeigten in allen Stählen das Auftreten von Scherbändern an den gespaltenen Oberflächen.

Anhand der systematischen Charakterisierung der Gefüge- und Eigenschaftsentstehung verschiedener höherfester, spaltprofilierter Stähle (ZStE500, ZStE340, 1.4016) wird deutlich, dass der Prozess des Spaltprofilierens ganz grundsätzlich immer zu den gleichen charakteristischen Profileigenschaften führt. Die neu gewonnenen Erkenntnisse zur Prozesszonentstehung und zur Scherbandbildung, die lediglich an Spaltprofilen des ZStE500 gezeigt wurden, sind daher auch auf andere spaltprofilierete höherfeste Stähle wie beispielsweise den ZStE340 und den rost- und säurebeständigen Stahl 1.4016 übertragbar.



## 5.2 Charakteristische Eigenschaften von Spaltbiegeprofilen aus DD11

Die Ergebnisse der Charakterisierung der **Spaltbiegeprofile** führen zu der Schlussfolgerung, dass das Spaltbiegen und das Spaltprofilieren bezüglich der Gefüge- und Eigenschaftsentstehung vergleichbare Prozesse sind.

Durch das Spaltbiegen des unlegierten Stahls DD11 entsteht parallel zur gespaltenen Oberfläche im Flansch, im Spaltgrund und im gedünnten Bereich ein UFG-Gefüge. Das pancakeartige UFG-Gefüge geht mit zunehmendem Abstand zur gespaltenen Oberfläche kontinuierlich in ein gleichachsiges, klassisch kaltverfestigtes Gefüge über, sodass durch den Spaltbiegeprozess ein Gefügegradient in Tiefenrichtung vorliegt (Abb. 4.14), wie es bereits in den Spaltprofilen gezeigt wurde [Boh08, Mül08a, Bru09].

Im Gegensatz zu den symmetrischen Spaltprofilen entsteht beim Spaltbiegen ein asymmetrisches Profil. Ein Vergleich der EBSD-Messungen in den verschiedenen Profilbereichen zeigt, dass mit der Prozess-Asymmetrie des Spaltbiegens nur ein geringfügiger Unterschied im Gefüge einhergeht. Nach der Definition von [Val06] reicht das UFG-Gefüge im Flansch bis in eine Tiefe von  $400\text{ }\mu\text{m}$  und im gedünnten Bereich bis in eine Tiefe von  $500\text{ }\mu\text{m}$ . Zusätzlich zur tieferen Reichweite besitzt das UFG-Gefüge im gedünnten Bereich ab einer Tiefe von  $300\text{ }\mu\text{m}$  feinere Kornabmessungen als im Flansch (Abb. 4.15). Somit liegt bei Spaltbiegeprofilen eine homogene UFG-Schicht parallel zur gespaltenen Oberfläche vor, die erst ab einer Tiefe von  $300\text{ }\mu\text{m}$  in den lokalen Profilbereichen unterschiedliche Korngrößen besitzt. Die UFG-Schicht wird dabei nicht entlang der gesamten Oberfläche des gedünnten Bereiches ausgebildet, sondern geht durch die anfängliche Formfüllung des Walzensystems im Einlaufbereich (Phase 1 und 2, Abb. 2.27) in ein klassisch kaltverfestigtes Gefüge über.

Durch die Entstehung des UFG-Gefüges besitzt das Spaltbiegeprofil die gleichen herausragenden mechanischen Eigenschaften wie die Spaltprofile in Form einer hohen Festigkeit bei gleichzeitig akzeptablem duktilem Umformverhalten (Abb. 4.40), obwohl das UFG-Gefüge lediglich über die Hälfte der Zugprobendicke vorliegt. Neben den geringfügigen Unterschieden in den Gefügeeigenschaften besitzen der Flansch und der gedünnte Bereich auch Unterschiede in den mechanischen Eigenschaften. Der gedünnte Bereich zeichnet sich sowohl durch eine höhere Härte (Abb. 4.39) als auch Zugfestigkeit (Abb. 4.40) aus, die allerdings im Bereich von lediglich 10 % liegen und somit aus technologischer Sicht wenig relevant sind.

Um neben den globalen auch die lokalen Festigkeiten im Spaltbiegeprofil bestimmen zu können, wurde an vorgedehnten Zugproben des DD11-Platinenmaterials die Härte ermittelt und mit der jeweils gemessenen Festigkeit aufgetragen. Im resultierenden Graph liefert die Ausgleichsgerade den quantitativen Zusammenhang zwischen der Härte HV und der Fließspannung  $R_{p0,2}$  für den Werkstoff DD11 (Gleichung 5.2):

$$R_{p0,2} = 4,6 \cdot HV - 357 \text{ MPa}$$

Gleichung 5.2

Die angepassten Parameter wurden anhand der Zugversuche des gedünnten Bereiches und des Flansches des Spaltbiegeprofils verifiziert. Die aus den Zugversuchen bestimmten und aus Gleichung 5.2 berechneten Fließspannungen liefern eine gute Übereinstimmung mit einer Abweichung von weniger als 4 % (siehe Tabelle 5.1).

Tabelle 5.1: Experimentell bestimmte und berechnete Fließspannungen im gedünnten Bereich und im Flansch des Spaltbiegeprofils aus DD11

| $R_{p0,2}$ [MPa] | gedünnter Bereich | Flansch |
|------------------|-------------------|---------|
| exp. Zugversuch  | 790               | 750     |
| berechnet        | 810               | 745     |

Mithilfe von Gleichung 5.2 kann die lokale Festigkeit des UFG-Gefüges unmittelbar an der gespaltenen Oberfläche des gedünnten Bereiches auf einen Wert von fast 1200 MPa berechnet werden. Den Zusammenhang zwischen der Mikrostruktur und der Festigkeit stellt die Auftragung der Hall-Petch-Beziehung dar, bei der die berechnete, lokale Festigkeit über die inverse effektive Korngröße aufgetragen ist (Abb. 5.3) [Hal1951, Han04].

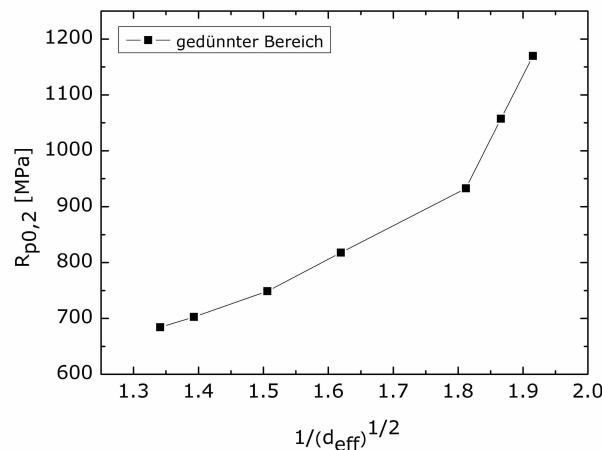


Abb. 5.3: Hall-Petch-Auftragung im gedünnten Bereich des Spaltbiegeprofils aus DD11

Die Auftragung der Hall-Petch-Beziehung für die 500  $\mu\text{m}$  dicke UFG-Schicht des gedünnten Bereiches weist eine Abweichung in der Steigung der Hall-Petch-Geraden  $k'$  auf. Anders als die in der Literatur beschriebene abgeflachte bzw. negative Steigung der Geraden  $k'$  tritt in den Spaltbiegeprofilen ein Anstieg der Steigung mit abnehmender Korngröße auf. Die erhöhte Festigkeit bzw. Härte an der gespaltenen Oberfläche der Profile ist nicht allein auf die Kornfeinung zurückzuführen, sondern auch auf einen erhöhten Beitrag an Kaltverfestigung bzw. erhöhter Versetzungsdichte. Der festigkeitssteigernde Beitrag durch die Versetzungsdichte nimmt Richtung hochgradig umgeformter Oberfläche immer weiter zu und führt in diesem Bereich dazu, dass die Hall-Petch-Beziehung und somit der Zusammenhang von Festigkeit und Korngröße die Gültigkeit verliert. Somit liegt neben dem Gradienten in der Korngröße auch ein

---

Gradient in der Versetzungsdichte vor, dessen festigkeitssteigernder Beitrag dem Hall-Petch-Effekt überlagert ist. Erholungsglühungen an Flanschen von Spaltprofilen aus ZStE500 bestätigen den Einfluss der eingebrachten Kaltverfestigung auf die Festigkeitssteigerung. Im geglühten Zustand zeigten die Flansche nach Reduzierung der Kaltverfestigung mit geringer werdender Korngröße im Bereich des UFG-Gefüges eine abnehmende Festigkeitssteigerung, d. h. ein Abflachen der Hall-Petch-Geraden, wie es typischerweise in der Literatur beobachtet wird [Bru11].

Die Texturanalysen in den verschiedenen Profilbereichen des Spaltbiegeprofils zeigen sowohl im Flansch als auch im gedünnten Bereich die typischen Intensitätslagen einer Walztextur, die die gedrehte Würfellage, die  $\alpha$ -Faser und ansatzweise auch die  $\gamma$ -Faser beinhalten. Demnach kann der Spaltbiegeprozess bzw. die Ausformung des Flansches und des gedünnten Bereiches als Stauchung unter ebener Dehnung beschrieben werden, wie es Bruder bereits an Flanschen von Spaltprofilen zeigte [Bru11, Bru12].

Aufgrund der vergleichbaren Eigenschaften der Spaltprofile und der Spaltbiegeprofile lassen sich die bereits gewonnenen Erkenntnisse des Spaltprofilierens auf die Spaltbiegeprofile übertragen und führen zu dem Schluss, dass sich während des Spaltbiegens eine Prozesszone mit einem Steady State entwickelt. Dadurch ändern sich mit zunehmender Spalttiefe die Eigenschaften im Flansch und im gedünnten Bereich nicht weiter und die Spalttiefe wird nicht durch die Verfestigung des Werkstoffes begrenzt.

### 5.3 Vergleich der Eigenschaften von Spaltprofilen mit HPT- und ECAP-Proben

Mithilfe der klassischen SPD-Verfahren HPT und ECAP konnte erstmals in dem für das Spaltprofilieren eingesetzten Stahl ZStE500 ein Bulk UFG-Gefüge erzeugt und die Volumeneigenschaften untersucht werden. Hierdurch wurde ein Vergleich dieser Volumeneigenschaften mit den Eigenschaften des Gefügegradienten der Spaltprofile möglich, der im Folgenden diskutiert wird.

#### Flansch-HPT

Die beiden Umformverfahren Spaltprofilieren und High Pressure Torsion (HPT) führen am Beispiel des Werkstoffs ZStE500 zu der Entstehung von UFG-Gefügen mit unterschiedlichen Kornformen. Während für die Flanschoberseiten der Spaltprofile ein pancakeartiges UFG-Gefüge mit sehr hohem Streckungsgrad charakteristisch ist, entsteht in den HPT-Proben ein globulares UFG-Gefüge. Ein Vergleich der gemessenen Härten der HPT-Proben mit dem Härtegradienten der Spaltprofile liefert in bestimmten Probenbereichen Übereinstimmungen in der Härte (Abb. 5.4, links). Die Flanschhärte von 380 HV<sub>0,05</sub> in 25  $\mu$ m Tiefe liegt in guter Übereinstimmung mit der HPT-Probe  $n=0,25$  bei einem Radius  $r=9$  mm sowie mit der HPT-Probe  $n=0,5$  bei einem Radius  $r=4$  mm. Die Gefüge der härteübereinstimmenden Probenbereiche des Flan-

ches ( $25\text{ }\mu\text{m}$  Tiefe) und der HPT-Proben ( $n=0,25$ ;  $r=9\text{ mm}$  /  $n=0,5$ ;  $r=4\text{ mm}$ ) sind in Abb. 5.4 im rechten Bildbereich gezeigt.

Die beiden HPT-Proben besitzen an den jeweiligen Radien  $r=9\text{ mm}$  ( $n=0,25$ ) bzw.  $r=4\text{ mm}$  ( $n=0,5$ ) durch die Einbringung gleich hoher Scherdehnungen identische Gefüge, was anhand übereinstimmender effektiver Korngrößen, Kornstreckungsgraden und Korngrenzanteilen deutlich wird. Generell liegen die eingebrachten Scherdehnungen der HPT-Versuche mit  $\gamma=7\text{--}25$  im Vergleich zur Literatur bei recht niedrigen Werten. In Armco-Eisen wurde beispielsweise ein UFG-Gefüge mit einer mittleren Korngröße von  $0,14\text{ }\mu\text{m}$  nach einer eingebrachten Scherdehnung von  $\gamma=210$  erreicht [Iva05].

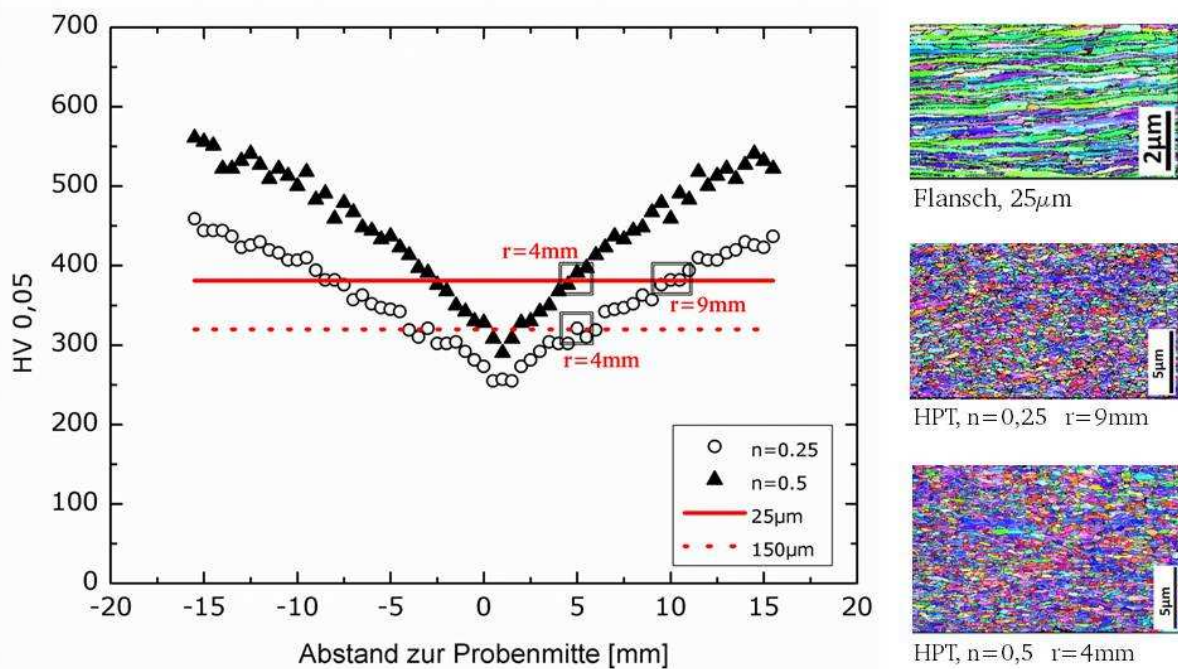


Abb. 5.4: Härtevergleiche des Flansches und der HPT-Proben mit  $n=0,25$  und  $n=0,5$  aus ZStE500 (links) sowie die Gefüge der härteübereinstimmenden Probenbereiche (rechts)

Die Ausbildung des homogenen gleichachsigen UFG-Gefüges in den beiden HPT-Proben des ZStE500 ist auf den Spannungszustand während der HPT-Umformung zurückzuführen. Durch den aufgetragten hohen hydrostatischen Druck von 4 GPa wirkt in den Proben ein dreiaxialer Druckspannungszustand, dem durch die Torsionsbewegung ein zweiaxialer, ebener Spannungszustand überlagert ist. Durch die Umformung unter Druckbeanspruchung werden die Scherdehnungen sehr homogen in das Material eingebracht, wodurch auch die Versetzungen im Material homogen verteilt vorliegen und sich somit ein homogenes und gleichachsiges UFG-Gefüge ausbilden kann [Iva05]. Im Vergleich zu dem homogenen und globularen UFG-Gefüge der HPT-Proben besitzt das UFG-Gefüge in der Flanschoberseite der Spaltprofile eine Pancakestruktur mit sehr hohem Kornstreckungsgrad. Anders als bei den HPT-Versuchen

wird beim Spaltprofilieren nach der FEM-Simulation ein geringerer hydrostatischer Druck von 2 GPa aufgebracht und es liegen, ähnlich zu klassischen Walzprozessen, ebene Spannungszustände vor, aus denen die Kornstreckung in Walzrichtung resultiert. Jedoch ermöglicht die Entwicklung des Korngrößenmodells mit der effektiven Korngröße zur Beschreibung der UFG-Pancakes den Korngrößenvergleich mit den gleichachsigen Körnern der HPT-Proben. Dieser zeigt, dass neben der gleichen Härte auch die effektiven Korngrößen der Gefüge nach den unterschiedlichen Umformprozessen gut übereinstimmen (Tabelle 5.2).

Tabelle 5.2: Vergleich der Härte und der effektiven Korngröße zwischen der Flanschoberseite der Spaltprofile und den beiden HPT-Proben aus ZStE500

|                                 | HV0,05 | $d_{\text{eff}}$ [ $\mu\text{m}$ ] |
|---------------------------------|--------|------------------------------------|
| Flansch, 25 $\mu\text{m}$ Tiefe | 381    | 0,13                               |
| HPT, $n=0,25$ / $r=9$ mm        | 380    | 0,17                               |
| HPT, $n=0,5$ / $r=4$ mm         | 381    | 0,19                               |

Die Texturauswertungen in den Probenbereichen des Flansches und den HPT-Proben mit vergleichbaren Härten und effektiven Korngrößen sind in Abb. 5.5 dargestellt. Die berechneten maximalen Texturintensitäten zeigen, dass die Textur der Flanschoberseite in einer Tiefe von 25  $\mu\text{m}$  (Bild a) mit  $I_{\text{max}}=74$  deutlich schärfer ausgeprägt ist als die eher schwachen Texturen der HPT-Proben mit  $I_{\text{max}}=9$  (Bild c und d). In allen Proben treten, unabhängig von der Intensität, die gedrehte Würfellage sowie einzelne Orientierungslagen der  $\gamma$ -Faser auf. Die Textur der Flanschoberseite dagegen besitzt auch Intensitätslagen der  $\alpha$ -Faser. Ergänzend zum Spaltprofilieren und dem HPT wurden an dem ZStE500-Material vereinzelt Stauchversuche durchgeführt, um die Texturentwicklung des kalt gewalzten Ausgangsbleches unter reinem hydrostatischem Druck ohne eine Relativbewegung (Scherung, Walzen) zu untersuchen. Der aufgebrachte hydrostatische Druck wurde vergleichbar zu den HPT-Versuchen mit einem Wert von etwa 4 GPa gewählt. Die gestauchten Proben des ZStE500 besitzen eine sehr scharfe Textur ( $I_{\text{max}}=99,9$ ) mit gedrehter Würfellage und Intensitätslagen der  $\gamma$ -Faser (Bild b). Diese Orientierungen in der Textur sind darauf zurückzuführen, dass das Material unter der Druckbeanspruchung in der Ebene in alle Richtungen fließen kann und nicht durch angrenzendes Material begrenzt wird. Hierdurch bildet sich in der Blechebene eine ungerichtete  $\gamma$ -Faser mit hoher Intensität aus, d. h. die  $\{111\}$ -Ebene der meisten Körner ist parallel zur Blechebene orientiert. Dieser Effekt ist auch bei den HPT-Proben zu beobachten, die ihre maximalen Intensitäten in den  $\{111\}$ -Orientierungen und der gedrehten Würfellage aufweisen. Wie bei den Stauchversuchen kann auch hier das Material in alle Richtungen in der Ebene fließen, jedoch ist dem aufgebrachten hydrostatischen Druck eine Scherverformung überlagert. Anders als bei den HPT-Proben und den Druckproben ist der Materialfluss bei der Flanschentstehung in Blechvorschubrichtung durch angrenzendes Material behindert und somit nur in Richtung Flanschspitze möglich. Dies wird durch die entstehende  $\alpha$ -Faser deutlich, bei der die Körner in  $\langle 110 \rangle$ -Richtung parallel zur Walzrichtung vorliegen.



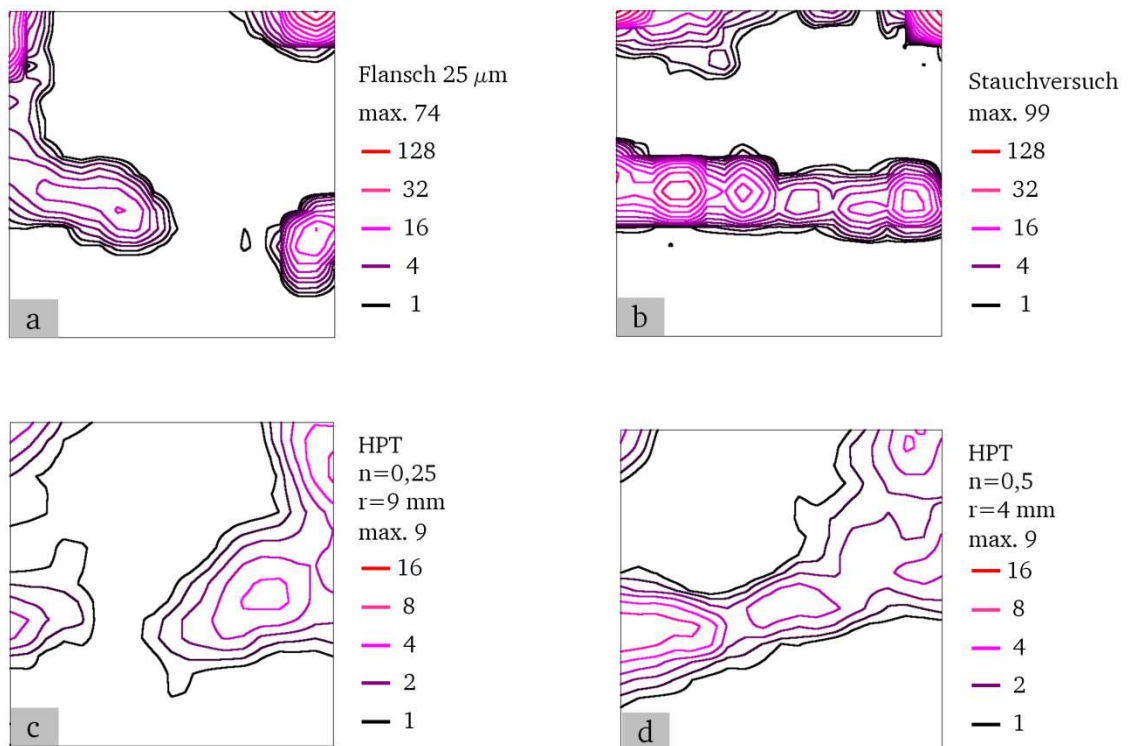


Abb. 5.5: Vergleich der Texturen ( $\varphi_2 = 45^\circ$ -Schnitte) des Flansches in  $25 \mu\text{m}$  Tiefe (a), der HPT-Proben mit  $n=0,25$  /  $r=9$  mm (c) und  $n=0,5$  /  $r=4$  mm (d) und der gestauchten Probe aus ZStE500 (b)

Zusätzlich zu der bisher betrachteten Flanschtiefe von  $25 \mu\text{m}$  und den härteäquivalenten HPT-Radien führten die Härtemessungen auch zu einer Übereinstimmung zwischen der Flanschtiefe von  $150 \mu\text{m}$  (320 HV<sub>0,05</sub>) und der HPT-Probe  $n=0,25$  bei einem Radius  $r=4$  mm (Abb. 5.4). Im Gegensatz zu dem großen Unterschied in dem Kornstreckungsgrad zwischen UFG-Gefüge an der Flanschoberseite und dem der HPT-Proben, besitzt das Gefüge in einer Flanschtiefe von  $150 \mu\text{m}$  nahezu den gleichen Kornstreckungsgrad a wie das Gefüge der HPT-Probe (Abb. 5.6, links). Darüber hinaus stimmen die effektiven Korngrößen und auch die Korngrenzanteile überein.

Der Texturvergleich der beiden Probenbereiche weist Analogien zu denen zwischen der Flanschoberseite und den entsprechenden HPT-Bereichen auf. Die Textur des Flansches in  $150 \mu\text{m}$  Tiefe zeigt die gleichen Orientierungslagen der Körner wie bereits an der Flanschoberseite gezeigt, jedoch ist die Textur mit einer maximalen Intensität von  $I_{\text{max}}=38$  nicht mehr so stark ausgeprägt (Abb. 5.6, rechts). Durch die Stauchung des Materials liegen in der Textur des Flansches in  $150 \mu\text{m}$  Tiefe ebenfalls die gedrehte Würfellage sowie einzelne Orientierungen der  $\gamma$ -Faser vor, durch den gerichteten Materialfluss in Flanschrichtung bildet sich zudem die  $\alpha$ -Faser aus. Die HPT-Probe hingegen weist nur die gedrehte Würfellage und einzelne Orientierungen der  $\gamma$ -Faser auf. Anders als an der Flanschoberseite treten in der Texturschärfe bzw. in der maximalen Intensität der beiden Proben nur geringe Unterschiede auf.

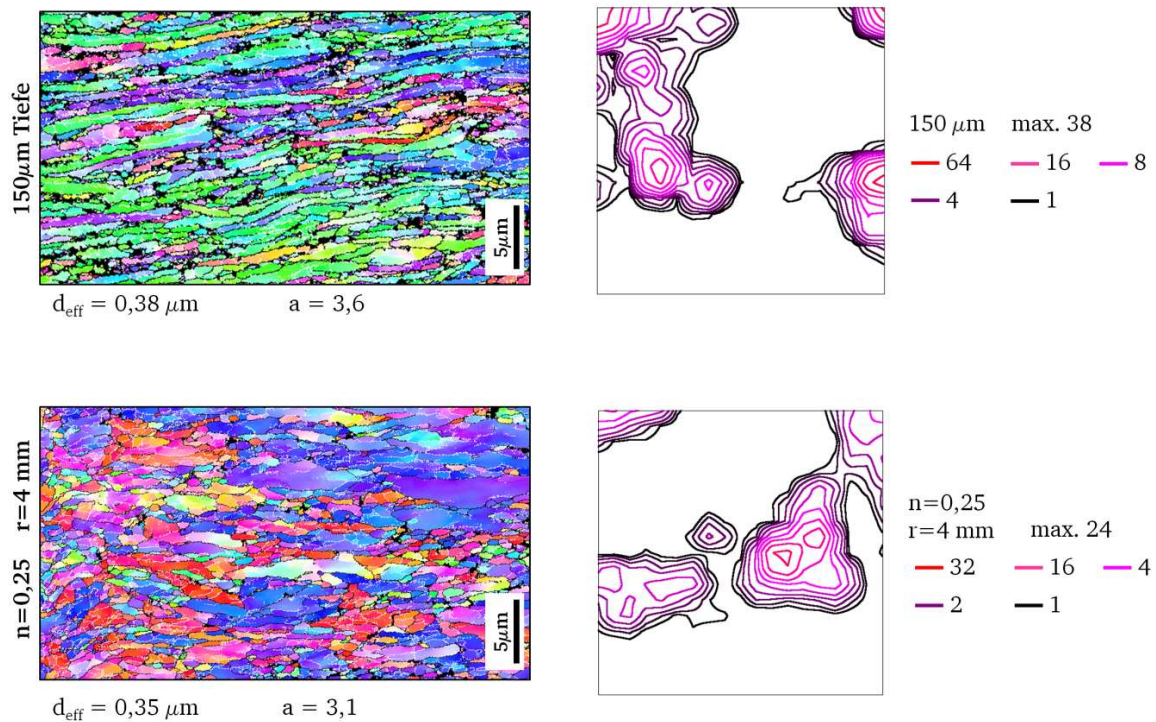


Abb. 5.6: Vergleich der Gefüge (effektiven Korngrößen) und Texturen ( $\phi_2 = 45^\circ$ -Schnitte) des Flansches in 150  $\mu\text{m}$  Tiefe und der HPT-Probe mit  $n=0,25$  /  $r=4$  mm aus ZStE500

Je nach Umformverfahren wird in einen Werkstoff ein Anteil an Kaltverfestigung eingebracht. Obwohl der Flansch und die HPT-Proben Übereinstimmungen in der Härte besitzen, muss dies nicht zwangsläufig mit einem gleichen Anteil an eingebrachter Kaltverfestigung verbunden sein. Die Wärmebehandlungen des Flansches und der HPT-Probe führten jeweils zu einer Abnahme in der Härte. Die quantitativen Härteabnahmen durch die Wärmebehandlung in den bisher betrachteten Probenbereichen des Flansches und den HPT-Proben liegen zwischen 6–9 % und weisen ebenfalls vergleichbare Werte der verschiedenen Proben auf (Tabelle 5.3). Demnach erfolgt durch die Wärmebehandlung in den entsprechenden Probenbereichen ein gleich stark ausgeprägter Erholungsprozess bzw. bedeutet dies im Umkehrschluss, dass durch die beiden Umformverfahren Spaltprofilieren und HPT gleiche Anteile an Kaltverfestigung bzw. an Versetzungsdichte eingebracht werden.

Tabelle 5.3: Härtevergleich im Flansch und den HPT-Proben im unbehandelten und wärmebehandelten Zustand des ZStE500

|                                  | HV0,05 (unbeh.) | HV0,05 (450 °C) | Abnahme [%] |
|----------------------------------|-----------------|-----------------|-------------|
| Flansch, 25 $\mu\text{m}$ Tiefe  | 381             | 346             | 9           |
| HPT, $n=0,25$ / $r=9$ mm         | 380             | 350             | 8           |
| HPT, $n=0,5$ / $r=4$ mm          | 381             | 357             | 6,2         |
| Flansch, 150 $\mu\text{m}$ Tiefe | 320             | 306             | 4,5         |
| HPT, $n=0,25$ / $r=4$ mm         | 319             | 300             | 5           |

Anhand der Härte, der Gefügeparameter, der Verformungstextur als auch der eingebrachten Kaltverfestigung können somit zwischen der Flanschoberseite und der HPT-Probe mit einer viertel Umdrehung vergleichbare Eigenschaften festgestellt werden. Der äußere Bereich der HPT-Probe ( $n=0,25$ ) bei einem Radius von  $r=9$  mm besitzt ein homogenes und gleichachsiges UFG-Gefüge, das eine vergleichbare Härte, effektive Korngröße und Verformungstextur aufweist wie das UFG-Pancakegefüge an der Flanschoberseite. Der innere Bereich bei einem Radius von  $r=4$  mm dagegen weist neben der Härte und Textur auch eine sehr ähnliche Kornstruktur mit gleichem Kornstreckungsgrad zur Flanschtiefe von  $150\text{ }\mu\text{m}$  auf. Somit lassen sich am Beispiel des Stahls ZStE500 durchaus Parallelen ziehen in den Umformprozessen, die in den HPT-Proben mit einer viertel Umdrehung und an dem oberflächennäheren Bereich des Spaltprofils ablaufen.

Die durch das Spaltprofilieren, und wie in dieser Arbeit bereits gezeigt auch durch das Spaltbiegen, eingebrachte Kaltverfestigung führt im Bereich der UFG-Gefüge der Flansche dazu, dass die Hall-Petch-Beziehung ihre Gültigkeit verliert. Die Betrachtung der Hall-Petch-Beziehung für den ZStE500, der über das High Pressure Torsion Verfahren umgeformt wurde, liefert ebenfalls eine Zunahme in der Steigung mit abnehmender Korngröße (Abb. 5.7). Demnach ist das Abweichen von der Hall-Petch-Beziehung nicht charakteristisch für den Gefügegradienten der Flansche bzw. nicht ausschließlich auf die Verfahren Spaltprofilieren und Spaltbiegen zurückzuführen, sondern ein prinzipiell auftretender Effekt durch die Überlagerung von abnehmender Korngröße und zunehmender Kaltverfestigung.

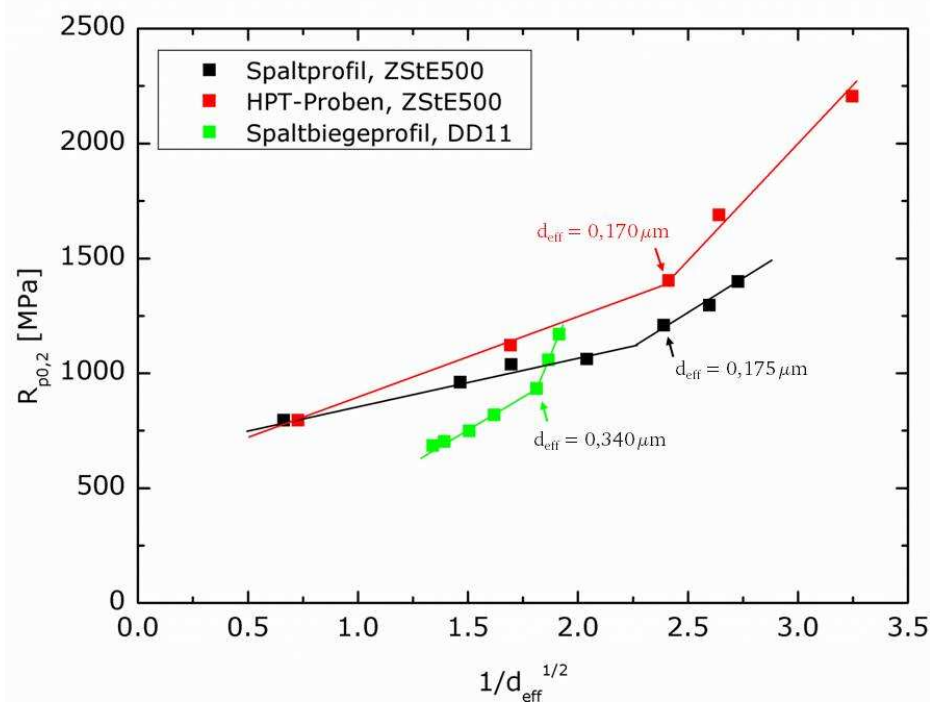


Abb. 5.7: Hall-Petch-Auftragung des Spaltprofils und der HPT-Proben aus ZStE500 sowie des Spaltbiegeprofils aus DD11

Das Umformverhalten von spaltprofilierten Flanschen unter uniaxialer Zugbeanspruchung ist gekennzeichnet durch ein typisches UFG-Verhalten, wenngleich das UFG-Gefüge lediglich nur in etwa einem Drittel der Zugprobendicke vorliegt. Einen Vorteil bezüglich der Betrachtung und Interpretation des Umformverhaltens der UFG-Gefüge liefern die Zugproben der HPT-Proben, die über die Probendicke hinweg ein Bulk UFG-Gefüge besitzen und lediglich über die Probenbreite leichte Unterschiede in der Korngröße und der Härte aufweisen. Welchen Einfluss der Gefügegradient des Flansches auf die globale Festigkeit der Probe besitzt, zeigen Zugversuche, bei denen die Zugproben ausgehend von der Flanschunterseite gedünnt wurden und nur die Flanschoberseite mit dem UFG-Gefüge (0–400  $\mu\text{m}$ ) unter Zug belastet wurde (Abb. 5.8). Diese weist in dem Umformverhalten unter uniaxialen Zug Ähnlichkeiten zu der HPT-Probe nach einer viertel Umdrehung auf, die aus einem Radienbereich zwischen  $r=6\text{--}10\text{ mm}$  entnommen wurde, welcher auch den Probenbereich der HPT-Probe mit  $r=9\text{ mm}$  beinhaltet, für den bereits gute Übereinstimmungen im Gefüge und der Härte mit der Flanschoberseite gezeigt werden konnten.

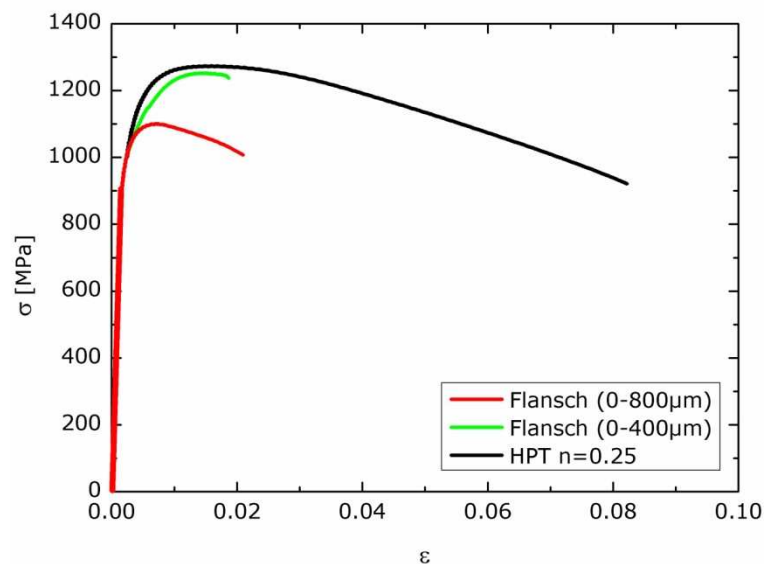


Abb. 5.8: Technische Spannungs-Dehnungs-Kurven des gesamten Flansches (0–800  $\mu\text{m}$ ), der Flanschoberseite (0–400  $\mu\text{m}$ ) und der HPT-Probe mit  $n=0,25$  aus ZStE500

Die Flanschoberseite (0–400  $\mu\text{m}$ ) und die HPT-Probe beginnen bereits bei sehr geringen plastischen Dehnungen und kurzer eintretender Verfestigung lokal einzuschnüren. Im Vergleich zur HPT-Probe versagt die Flanschoberseite jedoch bei einer deutlich geringeren Bruchdehnung. Eine mögliche Ursache hierfür stellt die Kornstreckung des UFG-Gefüges der Flansche dar. In der Literatur wurde an HPT-Proben aus Armco-Eisen nachgewiesen, dass der Kornstreckungsgrad Einfluss sowohl auf die Duktilität bzw. Verformbarkeit als auch auf die Bruchzähigkeit besitzt. Wurde die uniaxiale Zugbelastung parallel zur gestreckten Gefügestruktur aufgebracht, wurde entgegengesetzt zu den hier beobachteten Ergebnissen eine verbesserte Duktilität erzielt [Rat13]. Ebenso der Widerstand gegen instabile Rissausbreitung konnte durch eine Belastung

---

der Proben in Kornstreckungsrichtung gesteigert werden [Hoh10b]. Die Autoren führen diese Effekte auf die Rissausbreitung senkrecht zu den gestreckten Körnern zurück, die einen höheren Risswiderstand erfährt als entlang der gestreckten Körner. Neben dem gestreckten Pancakegefüge besitzt die Flanschoberseite im Vergleich zu den texturschwächeren HPT-Proben eine scharf ausgeprägte Walztextur, die ebenfalls Einfluss auf die Umformbarkeit nimmt und eine Ursache für die reduzierte Duktilität sein kann. An hochfesten Stahlblechen konnte durch FE-Simulationen eine für den Tiefziehprozess optimierte Textur des Ausgangsbleches berechnet und somit eine verbesserte Duktilität des Stahls umgesetzt werden [Xie02].

Im Gegensatz zu dem deutlichen Unterschied in der erreichten Duktilität weisen die Flanschoberseite und die HPT-Probe die gleiche Festigkeit und auch Gleichmaßdehnung auf, sodass weder die Kornform noch die Textur Einfluss darauf besitzen. Die bisher nur für die Flansche als charakteristisch angenommenen Sekundärrisse, die in den Bruchflächen der Zugproben zu sehen sind (Abb. 4.31), treten auch in den Bruchflächen der HPT-Probe auf (Abb. 4.45). Obwohl der ZStE500 beim HPT unter einem höheren hydrostatischen Druck als beim Spaltprofilieren verformt wird ( $\sigma_{\text{HPT,hys}} = 4 \text{ GPa}$ ,  $\sigma_{\text{Spapro,hys}} = 1,5\text{--}2 \text{ GPa}$ ) und auch die abgeschätzte Dehnrates des HPT-Prozesses mit  $0,014 \text{ s}^{-1}$  bis  $0,056 \text{ s}^{-1}$  (siehe Anhang A.3) unter der des Spaltprofilierens ( $\dot{\epsilon} = 3,5 \text{ s}^{-1}$ ) liegt, führt die Umformung in beiden Prozessen zu einer Schwächung der Korngrenzen des UFG-Gefüges. Die Kaltverfestigung bzw. die Versetzungsdichte liegen in dem UFG-Gefüge der HPT-Proben und der Spaltprofile des ZStE500 im Sättigungsbereich und werden mit zunehmender Umformung nicht weiter erhöht. Als Umformmechanismus tritt beim HPT und beim Spaltprofilieren das Korngrenzgleiten ein, bei dem die Deformation über bzw. entlang der Korngrenzen des UFG-Gefüges abläuft und diese daher prozessbedingt geschädigt werden. Diese Schädigung führt bei den Zugversuchen in den HPT- als auch in den Flanschproben zu dem Auftreten der Sekundärrisse, sodass diese nicht charakteristisch für das Spaltprofilieren, sondern vielmehr charakteristisch für die SPD-Umformung des ZStE500 sind und auch an ECAP-Proben zu erwarten wären, sofern die Anzahl an Umformschritten zur Erzeugung eines UFG-Gefüges im ZStE500 führt. Die Schwächung der Korngrenzen des UFG-Gefüges in den Spaltprofilen tritt parallel zur Flanschoberseite, d. h. in Richtung der langen Achse der Pancakes auf und stellt somit kein kritisches Ausmaß für die Bauteilbeanspruchung dar. Eine Zugbeanspruchung, die senkrecht auf die geschwächten UFG-Pancakes wirkt, hätte dagegen ein schnelles Versagen des Flansches zur Folge, wobei diese Art der Beanspruchung aufgrund der geringen Flanschdicken technologisch kaum relevant ist. Darüber hinaus konnte durch eine nachträgliche Wärmebehandlung der Flansche aus ZStE500 das Auftreten der Sekundärrisse reduziert und daher auch die offensichtliche Schädigung des UFG-Gefüges nachhaltig abgeschwächt werden.

Die auftretende Scherbandbildung im Bereich des UFG-Gefüges der Flansche unter einer Druckbeanspruchung ist auf das geringe Verfestigungsvermögen und eine kritische effektive Korngröße zurückzuführen. Der Kornstreckungsgrad der UFG-Pancakes als mögliche zusätzliche Ursache für die Scherbandbildung kann aufgrund der Biegeversuche der HPT-Proben ausgeschlossen werden. Diese weisen anders als die Flan-



---

sche ein globulares UFG-Gefüge mit einem Kornstreckungsgrad zwischen 2 und 3 auf und neigen selbst nach einer Wärmebehandlung bei 450 °C zu einer Scherbandbildung (Abb. 4.46). Die kritische effektive Korngröße, ab der die Scherbandbildung in den HPT-Proben einsetzt, wurde nicht bestimmt. Jedoch besitzen die HPT-Proben ein ebenso geringes Verfestigungsvermögen wie die Flanschoberseite (Abb. 5.8), das ausschlaggebend für eine lokalisierte Scherverformung ist. Eine Approximation der Fließkurven beider Proben nach der Hollomon-Gleichung liefert für die Flanschoberseite einen sehr geringen Verfestigungsexponenten von  $n=0,04$  und für die HPT-Probe einen Wert von  $n=0,06$  (siehe Anhang Abb. A.8). Die Scherbandbildung in den Flanschen ist demnach nicht mit der charakteristischen Pancakestruktur verbunden, sondern tritt ab einer bestimmten kritischen Korngröße und einem geringen Verfestigungsvermögen ein.

### Flansch-ECAP

ECAP führt nach 2 Umformschritten der Route C im ZStE500 zu einer Härte von 300 HV<sub>0,05</sub>. Diese lässt sich im Härtegradient des Spaltprofils der Flanschunterseite zuordnen (Abb. 5.9). Auch die Mikrostrukturen der Flanschunterseite und der  $N_c=2$  ECAP-Probe besitzen nahezu identische Gefügeparameter mit mittleren Korngrößen von 2  $\mu\text{m}$ , Kornstreckungsgraden von 2,9 und Großwinkelkorngrenzanteilen von 45 %. Der eingebrachte Umformgrad von  $\phi=2,2$  reichte im ZStE500 nicht aus, um über ECAP ein UFG-Gefüge zu erzeugen, sondern führte zu einem klassisch kaltverfestigten Gefüge, wie es auch an der Flanschunterseite der Spaltprofile vorliegt. Für die eingebrachte Scherdehnung kann pro Umformschritt ein Wert von  $\gamma=1,15$  angenommen werden [Bow00], sodass der ZStE500 nach zwei Umformschritten eine Scherdehnung von  $\gamma=2,3$  erfahren hat, die deutlich unter denen der HPT-Umformung liegt. Durch den ersten Umformschritt wird das Ausgangsgefüge parallel zur Scherebene abgeschert. Dies führt zu Körnern mit einem sehr hohen Streckungsgrad, in denen sich vereinzelt eine Subkornstruktur aus Kleinwinkelkorngrenzen ausbildet. In der Literatur werden diese Gefügebereiche auch als Deformationsbänder beschrieben [Iwa1997, Bow00, Shi01]. Der zweite Umformschritt führt zwar zu einer Umformung in der gleichen Scherebene, allerdings infolge von Route C in entgegengesetzter Richtung zum ersten Umformschritt. Hierdurch segmentieren die Deformationsbänder durch Ausbildung neuer Großwinkelkorngrenzen und der Kornstreckungsgrad der Körner wird reduziert. Es liegt ein Gefüge mit einer ausgeprägten Subkornstruktur aus Kleinwinkelkorngrenzen und einer inhomogenen Korngrößenverteilung vor.

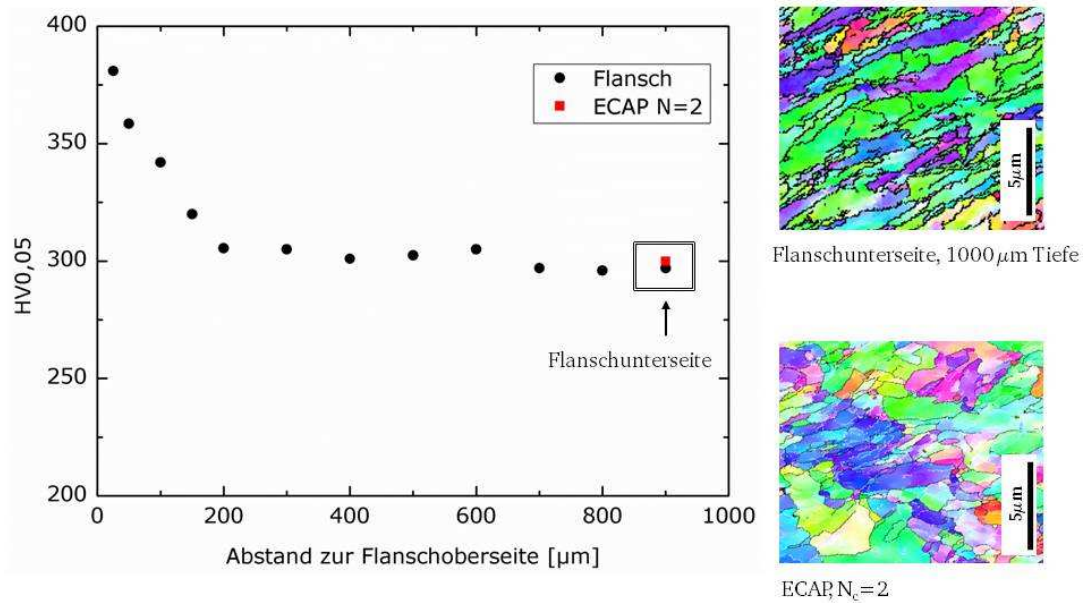


Abb. 5.9: Härte- und Gefügevergleich des Flansches und der ECAP-Probe nach zwei Umformschritten aus ZStE500

Die Verformungstextur der ECAP-Probe zeigt die charakteristischen Intensitätslagen einer Schertextur, die aufgrund der Umformung nach Route C und der niedrigen Anzahl an Umformschritten eine geringe maximale Intensität bzw. Texturschärfe besitzt. Die Flanschunterseite weist ebenfalls einzelne Orientierungen von Scherlagen auf, neben denen allerdings auch die gedrehte Würfellage als Ursache der Stauchung durch die Walzen auftritt. Die Texturschärfe der Flanschunterseite ist mit der ECAP-Probe durchaus vergleichbar und in Verbindung mit den mikrostrukturellen Übereinstimmungen wird deutlich, dass die Prozesse, die zur Gefüge- und Eigenschaftsentstehung der Flanschunterseite der Spaltprofile führen, mit denen der ECAP-Umformung vergleichbar sind.

Durch Reduzierung der Zugprobendicke des Flansches ausgehend von der Flanschoberseite wird lediglich das Umformverhalten der Flanschunterseite (400–800  $\mu\text{m}$ ) mit dem klassisch kaltverfestigten Gefüge unter uniaxialer Zugbeanspruchung betrachtet (Abb. 5.10). Gegenüber dem gesamten Flansch mit UFG-Gefüge weist die Flanschunterseite ein etwas höheres Verfestigungsvermögen und eine höhere Gleichmaßdehnung auf und verformt anschließend im Bereich der Einschnürung sehr viel duktiler. Das Umformverhalten der Flanschunterseite weist Ähnlichkeiten zu dem der „parallel“ entnommenen ECAP-Probe nach 2 Umformschritten auf. Beide Proben besitzen nahezu die gleiche Fließspannung und auch Zugfestigkeit, jedoch verformt die ECAP-Probe bereits bei einer geringeren Gleichmaßdehnung instabil und schnürt ein.

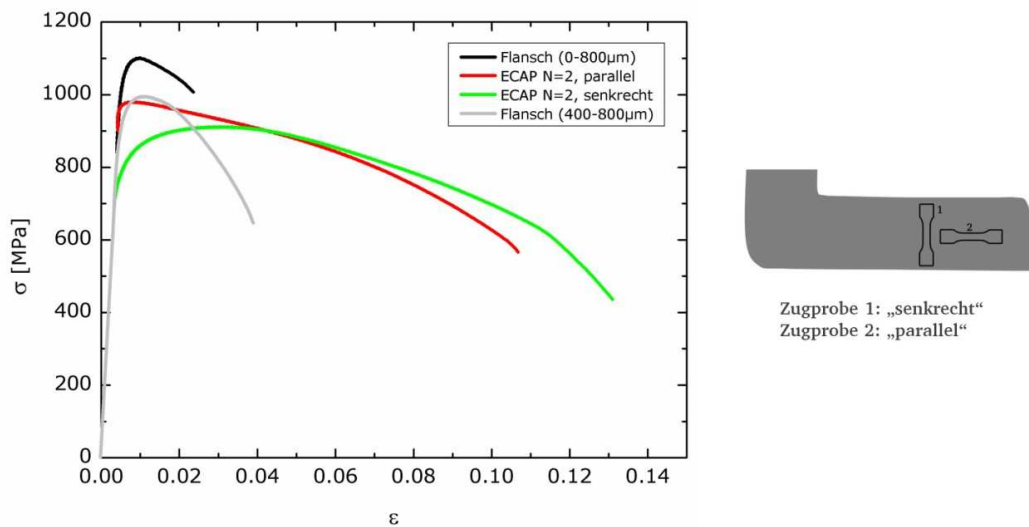


Abb. 5.10: Technische Spannungs-Dehnungs-Kurven des gesamten Flansches (0–800  $\mu\text{m}$ ), der Flanschunterseite (400–800  $\mu\text{m}$ ) und den richtungsabhängigen ECAP-Probe mit N=2 aus ZStE500

Beide Proben verformen bis zum Bruch sehr duktil, wenngleich die Flanschunterseite nur etwa die Hälfte der Bruchdehnung erreicht. Dabei muss berücksichtigt werden, dass die Flanschzugprobe durch den Abtrag der Flanschoberseite lediglich nur eine Dicke von 400  $\mu\text{m}$  besitzt und daher im Vergleich zu den anderen Zugproben mit einer Dicke von 800  $\mu\text{m}$  anteilig weniger einschnürt.

### Betrachtung des Umformgrades

Anhand der Betrachtung der mikrostrukturellen und der mechanischen Eigenschaften des Flansches, der HPT- und der ECAP-Proben aus ZStE500 wird deutlich, dass die verschiedenen Umformprozesse durchaus zu vergleichbaren Eigenschaften führen. In diesem Zusammenhang ist auch die Betrachtung des erreichten Umformgrades sinnvoll, da dieser in den Spaltprofilen lokal bislang nur über die FE-Simulation berechnet werden kann, in die jedoch Fließkurven von klassischen Verfestigungsmodellen implementiert werden und der Steady State in der Prozesszone und die konstanten Eigenschaften bislang nicht beschrieben werden können. Mithilfe der vorgegebenen Gleichung 2.1 und Gleichung 2.2 ist der Umformgrad bei HPT und auch bei ECAP leicht bestimmbar. Die experimentelle Durchführung zeigt jedoch, dass eine Übertragung des Umformgrades von HPT und ECAP auf den Flansch zu widersprüchlichen Ergebnissen führt.

Die jeweils berechneten Umformgrade der HPT-Probe mit einer viertel Umdrehung und der ECAP-Probe nach 2 Umformschritten sind in Abhängigkeit der gemessenen Härtewerte in Abb. 5.11 aufgetragen. Da die **Flanschoberseite** (25  $\mu\text{m}$  Tiefe) der Spaltprofile aus ZStE500 vergleichbare Eigenschaften mit der HPT-Probe n=0,25 besitzt, liegt eine Abschätzung des Umformgrades der Flanschoberseite über die HPT-Probe nahe, die zu einem Wert von  $\phi=1,95$  führt. Im Gegensatz hierzu weist die **Flanschunterseite** (1000  $\mu\text{m}$  Tiefe) eine deutliche Übereinstimmung in den Eigen-

schaften mit der ECAP-Probe N=2 auf, über die sich für die Flanschunterseite ein Umformgrad von  $\phi=2,2$  berechnet. Somit wäre der Umformgrad an der Flanschoberseite, d. h. im Bereich mit der höchsten eingebrachten Dehnung, fälschlicherweise geringer als der Umformgrad an der Flanschunterseite.

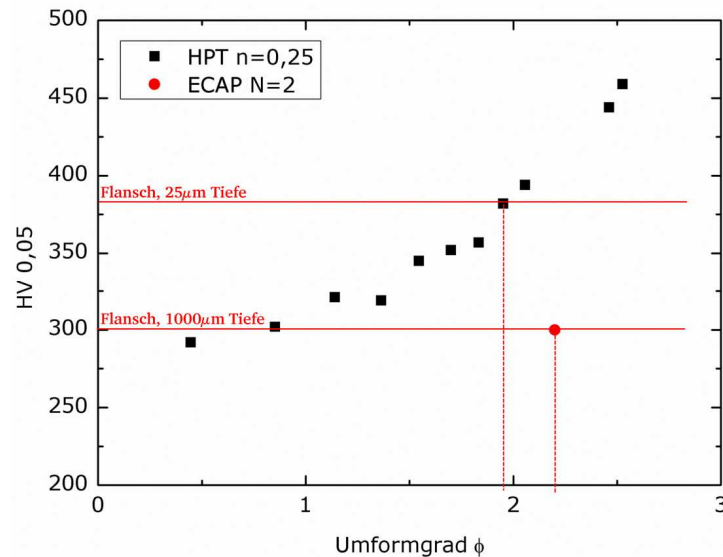


Abb. 5.11: Auftragung des Umformgrades und der Härte des ZStE500 nach dem HPT und dem ECAP sowie die Einordnung der Flanschoberseite (25  $\mu\text{m}$  Tiefe) und der Flanschunterseite (1000  $\mu\text{m}$  Tiefe)

Ein wichtiger Aspekt bei diesen Vergleichen ist der unterschiedliche Beitrag an Kaltverfestigung, der durch die Umformverfahren HPT und ECAP in den ZStE500 eingebracht wird. Der klassische Zusammenhang von Festigkeits- bzw. Härtesteigerung und Umformgrad wird allein durch die Kaltverfestigung des Werkstoffes getragen. Im Fall der ECAP-Proben des ZStE500, in denen kein UFG-Gefüge, sondern ein klassisch kaltverfestigtes Gefüge eingestellt wurde, ist daher die Abschätzung des Umformgrads über die Härtemessungen sinnvoll. Aufgrund der nahezu identischen Eigenschaften zwischen der ECAP-Probe und der Flanschunterseite des Spaltprofils scheint ein Umformgrad von  $\phi=2,2$  für die Flanschunterseite durchaus plausibel.

Im Gegensatz dazu besitzen die HPT-Proben des ZStE500 ein UFG-Gefüge, das im Vergleich zu dem klassisch kaltverfestigten Gefüge der ECAP-Proben andere Umformmechanismen (über die Korngrenzen) besitzt. Die Zunahme der Festigkeit setzt sich bei den UFG-Gefügen aus dem Beitrag der Korngröße und dem der Kaltverfestigung zusammen, wie es bereits in dem Abweichen der Hall-Petch-Beziehung deutlich wurde. Daher ist eine Abschätzung des Umformgrads für das UFG-Gefüge der Flanschoberseite allein über die Härtemessung nicht sinnvoll und führt tendenziell zu einem zu niedrigen Umformgrad.

Im Umkehrschluss zeigen die Ergebnisse, dass durch die verschiedenen Umformverfahren HPT, ECAP und Spaltprofilieren im ZStE500 vergleichbare Gefüge und Eigenschaften eingestellt werden können, der Umformgrad jedoch keine sinnvolle Größe ist, um die Kornfeinung der SPD-Prozesse zu beschreiben.

---

## 6 Zusammenfassung

---

Ein Ziel dieser Arbeit war es, die Entstehung des UFG-Gefüges in der Prozesszone während des Spaltprofilierens zu klären und Aussagen darüber treffen zu können, welche Eigenschaften des UFG-Gefüges der Spaltprofile charakteristisch für den Umformprozess und welche allgemeingültig für UFG-Gefüge sind. In diesem Zusammenhang wurde erstmals der für das Spaltprofilieren etablierte höherfeste Feinkornbaustahl ZStE500 auch über die konventionellen SPD-Verfahren HPT und ECAP umgeformt und ein homogenes Bulk UFG-Gefüge erzeugt. Durch einen Abgleich der Volumeneigenschaften der HPT- und ECAP-Proben mit dem Eigenschaftsgradienten der Spaltprofile konnten charakteristische Gemeinsamkeiten und Unterschiede der verschiedenartig hergestellten UFG-Gefüge des ZStE500 herausgearbeitet werden.

Durch **HPT** mit einer viertel und einer halben Umdrehung konnte im ZStE500 ein homogenes und globulares UFG-Gefüge erzeugt werden, das eine effektive Korngröße zwischen  $0,17\text{--}0,19\text{ }\mu\text{m}$  besitzt und die in guter Übereinstimmung mit der in der Literatur für Eisen erhaltenen Korngröße von  $0,14\text{ }\mu\text{m}$  liegt. Im Vergleich zu dem globularen UFG-Gefüge der HPT-Proben führt der Spaltprofilierprozess an den Flanschoberseiten des ZStE500 hingegen zu einem stark gestreckten UFG-Gefüge. Jedoch liefert das Modell zur Korngrößenbestimmung, bei dem eine mittlere freie Gleitlänge der Versetzungen u. a. in Abhängigkeit der Kornstreckung berechnet wird, eine effektive Korngröße von  $d_{\text{eff}}=0,13\text{ }\mu\text{m}$ , die mit denen des UFG-Gefüges der HPT-Proben vergleichbar ist. Neben der Korngröße besitzen das UFG-Gefüge der Flanschoberseite und das der HPT-Proben auch eine Übereinstimmung in der Härte und in dem eingebrachten Anteil an Kaltverfestigung. Zudem konnte für beide UFG-Gefüge des ZStE500 gezeigt werden, dass unabhängig von der Kornform die Hall-Petch-Beziehung mit abnehmender Korngröße ihre Gültigkeit verliert.

Die Verformungstexturen der HPT-Proben und der Flansche der Spaltprofile spiegeln die unterschiedlichen Kornformen wieder, die durch die beiden verschiedenen Umformverfahren eingestellt werden. Bedingt durch das angrenzende Materialvolumen in Blechvorschubrichtung findet während der Flanschausformung beim Spaltprofilieren in Kombination mit dem hydrostatischen Druckspannungszustand ein einachsiger Materialfluss Richtung Flanschspitze statt, aus dem die extreme Kornstreckung und neben der auftretenden  $\gamma$ -Faser auch die Ausbildung der  $\alpha$ -Faser resultiert. Beim HPT liegt anders als beim Spaltprofilieren keine Behinderung durch angrenzendes Materialvolumen vor und es findet ein zweiachsiger Materialfluss in der Ebene statt, aus dem die auftretende  $\gamma$ -Faser resultiert. Aufgrund der geringen Anzahl an Umdrehung von  $n=0,25$  und  $n=0,5$  führt HPT in dieser Arbeit nicht zu den klassischen Schertexturen, wie sie in der Literatur vorgestellt werden. Vielmehr weist die Verformungstextur durch die Kombination aus hohem hydrostatischem Druck und (vergleichbar zur Literatur) geringen eingebrachten Scherdehnungen Parallelen zu der Verformungstextur der Spaltprofile in Form der gedrehten Würfellage und der  $\gamma$ -Faser auf.



---

Ebenfalls im nachträglichen Umformverhalten wurden vergleichbare Eigenschaften zwischen der Flanschoberseite und den HPT-Proben aus ZStE500 gefunden. So konnte festgestellt werden, dass weder das geringe Verfestigungsvermögen und die geringe Gleichmaßdehnung, noch das Auftreten der Sekundärrisse unter Zugbeanspruchung auf die gestreckte Kornform und die Textur des UFG-Gefüges der Spaltprofile zurückzuführen sind. Lediglich die vergleichsweise geringe Duktilität der Flanschoberseite im Vergleich zu den HPT-Proben kann möglicherweise auf die Kornstreckung zurückgeführt werden. Das Auftreten der Sekundärrisse in den Bruchflächen der Zugversuche bestätigt die Annahme, dass das Korngrenzgleiten als Umformmechanismus beim HPT und beim Spaltprofilieren eintritt, durch das die Korngrenzen des UFG-Gefüges geschwächt werden. Bezüglich der Scherbandbildung unter Druckbeanspruchung konnte die allgemeingültige Aussage getroffen werden, dass sowohl ein geringes Verfestigungsvermögen als auch eine kritische Korngröße wichtige Einflussfaktoren für die Scherbandbildung darstellen und die Scherbandbildung daher nicht charakteristisch für das pancakartige UFG-Gefüge der Spaltprofile ist. Es wurde gezeigt, dass die kritische Korngröße für die Scherbandbildung in den Flanschen des ZStE500  $0,34\ \mu\text{m}$  beträgt und diese sehr gut mit der Korngröße von  $0,3\ \mu\text{m}$  für Eisen aus der Literatur übereinstimmt.

Zusammenfassend unterscheidet sich das Spaltprofilieren dahingehend vom HPT, dass in der Prozesszone an den Flanschoberseiten durch den unter Stauchung einachsigen Materialfluss ein gestrecktes UFG-Gefüge entsteht, wohingegen beim HPT durch die zusätzlich eingebrachte Scherung aufgrund der Torsionsbewegung das UFG-Gefüge eine gleichachsige Kornform aufweist. Beide Umformverfahren führen jedoch zu vergleichbaren Eigenschaften der UFG-Gefüge, wodurch es möglich wurde, die charakteristischen Eigenschaften der Flanschoberseite mit dem UFG-Gefüge zu identifizieren, aber auch allgemeingültige Aussagen zu treffen.

Anders als HPT führt ECAP nach zwei Umformschritten im ZStE500 nicht zur Ausbildung eines UFG-Gefüges, sondern zu einem kaltverfestigten Gefüge. Durch ECAP wird im ZStE500 eine klassische Schertextur eingestellt, die aufgrund der geringen Anzahl an Umformschritten jedoch eine zur Literatur vergleichsweise geringe Intensität aufweist. Die Flanschunterseite der Spaltprofile aus ZStE500 zeigt in der Härte, in der Mikrostruktur als auch in der Verformungstextur eine sehr deutliche Übereinstimmung zu der ECAP-Probe. Im Vergleich zu der reinen Schertextur nach dem ECAP weist die Textur der Flanschunterseite neben den F- und J-Scherlagen auch die gedrehte Würfellage auf, die auf den hydrostatischen Druck durch die Walzenanordnung zurückzuführen ist. Beide Proben besitzen jedoch eine annähernd gleich stark ausgeprägte Textur. Auf Basis des gesamten Eigenschaftsvergleiches konnte daher gezeigt werden, dass die kaltverfestigte Flanschunterseite der Spaltprofile aus ZStE500 Eigenschaften besitzt, wie sie durch reine Scherprozesse wie beispielsweise dem ECAP eingestellt werden.

Aufgrund der guten Übereinstimmung in den Eigenschaften wurden anhand von Härtemessungen der Flanschoberseite über HPT und der Flanschunterseite über ECAP Umformgrade zugeordnet. Diese führen jedoch dahingehend zu widersprüchlichen Ergebnissen, dass die Flanschunterseite mit dem klassisch kaltverfestigten Gefüge einen höheren Umformgrad besitzt als die Flanschoberseite mit UFG-Gefüge. Dies ist

---

darauf zurückzuführen, dass im UFG-Gefüge andere Umformmechanismen eintreten als im kaltverfestigten Gefüge und sich die Härte bzw. Festigkeit aus einem Beitrag der Kaltverfestigung und der Korngröße zusammensetzt. Daher ist eine Abschätzung des Umformgrads des UFG-Gefüges der Flanschoberseite allein über die Härtemessung nicht sinnvoll bzw. ist der Umformgrad keine sinnvolle Größe, die Kornfeinung der SPD-Prozesse zu beschreiben.

### **Entwicklung der Prozesszone von Spaltprofilen**

Hinsichtlich der sich während des Spaltprofilierens ausbildenden Prozesszone konnten in dieser Arbeit wichtige Erkenntnisse erlangt werden. Aus dem anfänglich kaltverfestigtem Zustand bildet sich bereits nach der Formfüllung des Walzensystems (Spaltgerüst 2) ein UFG-Gefüge aus, das zunächst nur in den oberflächennahen Bereichen vorliegt. Mit zunehmender Spalttiefe dehnt sich das UFG-Gefüge in Tiefenrichtung weiter aus und die Gefügestruktur wird zudem verfeinert. Im Gleichgewichtszustand besitzt das UFG-Gefüge einen Großwinkelkorngrenzanteil von ca. 85 %, wie er typischerweise über die konventionellen SPD-Prozesse erreicht wird. Zudem bildet sich eine Subkornstruktur aus geometrisch notwendigen Korngrenzen und statistisch gespeicherten Versetzungen aus. Den Steady State erreicht die Prozesszone nach dem fünften Spaltgerüst, bei dem sich die Gefügeabmessungen und die Eigenschaften des Gefüges nicht weiter verändern.

Durch den Abgleich des Gefügegradienten von Spaltprofilen aus ZStE500 mit den HPT- und ECAP-Proben des gleichen Stahls ergeben sich für die verschiedenen Tiefen der Prozesszone auch unterschiedlich ablaufende Umformmechanismen. Unmittelbar im Bereich der gespaltenen Oberfläche dominiert ein Walzprozess, d. h. das Material wird unter hydrostatischem Druck in uniaxialer Richtung heraus geformt. Mit zunehmendem Abstand zur Oberfläche erfährt das Material in der Prozesszone dagegen immer mehr Scherverformung. Diese Entwicklung in Tiefenrichtung verdeutlicht die Komplexität der Prozesszone, durch die das Material während des Spaltprofilierens hindurch fließt und zu dem Gefüge- und Eigenschaftsgradienten der Flansche führt.

### **Übertragbarkeit der Ergebnisse auf Spaltbiegeprofile und andere höherfeste Stähle**

Ein weiterer Schwerpunkt dieser Arbeit war es zu klären, ob die gewonnenen Erkenntnisse des Spaltprofilierens auf die Spaltbiegeprofile übertragbar sind. Es konnte gezeigt werden, dass das Spaltbiegen zu den gleichen Gefüge- und mechanischen Eigenschaften führt wie das Spaltprofilieren und die beiden Umformverfahren vergleichbare Prozesse sind. Zudem führte das Spaltprofilieren verschiedener höherfester Stähle immer zu den gleichen charakteristischen UFG-Gefügen und Eigenschaftsverteilungen in den Spaltprofilen. Somit ist zu erwarten, dass die in dieser Arbeit gezeigten Ergebnisse bzgl. der Prozesszone und der Scherbandbildung am Beispiel von Spaltprofilen des ZStE500 generell auch auf Spaltbiegeprofile sowie auf Profile des ZStE340, des 1.4016 und des DD11 übertragbar sind.

In dieser Arbeit konnten erste Erkenntnisse zur Gefügeentstehung und den ablaufenden Umformprozessen in der Prozesszone geliefert werden. Experimentell ist es bislang allerdings nicht möglich, den genauen Materialfluss innerhalb der Prozesszone abzubilden. Bei denen für die Prozesssimulation verwendeten Materialmodellen handelt es sich um klassische Fließkurvenmodelle der Kaltmassivumformung, durch die der stationäre Zustand der Prozesszone und die damit verbundenen konstanten Eigenschaften entlang der gespaltenen Oberfläche jedoch nicht ausreichend beschrieben werden können. Zur Verbesserung der Prozesssimulation sind physikalische Materialmodelle notwendig, die die ablaufenden Mechanismen in der Prozesszone auf mikrostruktureller Ebene beschreiben und eine Vorhersage der lokalen und globalen Werkstoffeigenschaften mit höherer Genauigkeit ermöglichen. Die Diskrepanz zwischen der Prozesssimulation und den experimentellen Befunden beinhaltet ebenfalls die Entwicklung des Umformgrads. Dieser wird nach Definition in der Umformtechnik mit zunehmender Spalttiefe erhöht, wohingegen sich in den Profileigenschaften mit Erreichen einer gewissen Spalttiefe ein Steady State einstellt. Somit gilt es zu klären, inwieweit der stetig ansteigende Umformgrad in der Prozesszone gerechtfertigt ist und ob anhand eines materialwissenschaftlich basierten Ansatzes die Fließprozesse bei der hochgradig plastischen Verformung geklärt werden können.

Die Modifizierung des Spaltprofilierens führte zum Spaltbiegen, bei dem durch die flexible Position der Flanschausformung die Grenzen der Profilgeometrie erweitert wurden. In der bevorstehenden Phase führt die Erweiterung der Bauteilflexibilität und -komplexität im Gegensatz zu Spaltprofilen und Spaltbiegeprofilen jedoch zu nicht-linearen Geometrien. Hierdurch ergeben sich Instationaritäten, die zu inhomogenen und richtungsabhängigen Profileigenschaften führen, die es qualitativ und quantitativ zu erfassen gilt. Zudem bedingt die geplante Erhöhung des Profilgeometriespektrums nachgeschaltete Umformprozess, durch die das UFG-Gefüge Zug- und auch Druckbeanspruchungen ausgesetzt ist. Wie bereits im Rahmen dieser Arbeit festgestellt wurde, führt das Stauchen der UFG-Pancakes durch die Scherbandbildung zu einer Oberflächenaufrauung, mit der eine erhöhte Kerbwirkung verbunden ist. Diese wirkt sich bei nachträglichen Biege- und Umformvorgängen kritisch aus und kann zum Bauteilversagen führen. Daher gilt es zu klären, ob die Scherbandbildung ohne Festigkeitsverlust der Profile unterdrückt werden bzw. die Aufrauung der Oberfläche durch gestützte Biegeprozesse verhindert werden kann. Ein wichtiger Ansatzpunkt dabei ist das geringe Verfestigungsvermögen der UFG-Gefüge, das es zu verbessern gilt. Vorausgegangene Untersuchungen zur Kurzzeitwärmebehandlung der Flansche im Temperaturbereich von 300 °C–800 °C führten zu keiner nennenswerten Verbesserung des Umformvermögens der Flansche. Erste Untersuchungen von Laser-Wärmebehandlungen des ZStE500 bei Temperaturen oberhalb von 900 °C zeigen jedoch, dass es durch die Phasenumwandlung Ferrit-Austenit-Ferrit möglich ist, die hohe Festigkeit durch Korngrößen im 1–2 µm Bereich zu erhalten und dabei die Umformbarkeit der Flansche zu steigern.

---

Neben dem weitreichend untersuchten Feinkornbaustahl ZStE500 wurden in dieser Arbeit auch der ZStE340, der warmgewalzte Qualitätsstahl DD11 und der rost- und säurebeständige Stahl 1.4016 verwendet. Für alle diese höherfesten Stähle konnten Profileigenschaften nachgewiesen werden, die charakteristisch durch das Spaltprofilieren und das Spaltbiegen eingestellt werden. Weiterführend ist es das Ziel, alle gewonnenen Erkenntnisse über die werkstoff- und prozessabhängigen lokalen und globalen Eigenschaften von gespaltenen Profilen zu erfassen und in Form allgemeingültiger Aussagen aufzubereiten. Hierdurch soll u. a. eine Aussage darüber möglich werden, welche Voraussetzungen ein Werkstoff für das erfolgreiche Spalten erfüllen muss.

---

## 8 Literaturverzeichnis

---

- [Ale03] I.V. ALEXANDROV, A.A. DUBRAVINA, A. R. KILMAMETOV, V. U. KAZYKHANOV, R.Z. VALIEV, Textures in Nanostructured Metals Processed by Severe Plastic Deformation, *Metals and Materials International*, Vol. 9 (2003), 151-156
- [Ber1989] W. Bergmann, Werkstofftechnik Teil 1: Grundlagen, 2. Auflage, *Hanser* (1989), ISBN: 3-446-15598-8
- [Bey09] I.J. BEYERLEIN, L.S. TÓTH, Texture evolution in equal-channel angular extrusion, *Progress in Materials Science*, Vol. 45 (2009), 427-510
- [Blü01] R. BLÜMKE, Gefügeeinfluß auf die Spanbildung beim Hochgeschwindigkeitsfräsen, *Dissertation am Institut für Physikalische Metallkunde der TU Darmstadt* (2001), URN urn:nbn:de:tuda-tuprints-1484
- [Boh08] T. BOHN, E. BRUDER, C. MÜLLER, Formation of ultrafine-grained microstructure in HSLA steel profiles by linear flow splitting, *Journal of Materials Science*, Vol. 43 (2008), 7307-7312
- [Boh10] T. BOHN, Gefüge und mechanische Eigenschaften verzweigter Blechstrukturen, *Dissertation am Institut für Physikalische Metallkunde der TU Darmstadt* (2010), URN urn:nbn:de:tuda-tuprints-20447
- [Bow00] J.R. BOWEN, P.B. PRANGNELL, F.J. HUMPHREYS, Microstructural evolution during formation of ultrafine grain structures by severe deformation, *Materials Science and Technology*, Vol. 16 (2000), 1246-1250
- [Bru08] E. BRUDER, T. BOHN, C. MÜLLER, Properties of UFG HSLA Steel Profiles Produced by Linear Flow Splitting, *Proceedings of the 4<sup>th</sup> Conference on Nanomaterials by Severe Plastic Deformation (NanoSPD4)*, *Materials Science Forum*, Vol. 584-586 (2008), 661-666
- [Bru09] E. BRUDER, T. BOHN, F. RULLMANN, C. MÜLLER, Severe deformation by linear flow splitting of low alloyed steels, *Annual Meeting & Exhibition, Supplemental Proceedings*, Vol. 3 (2009), 199-206
- [Bru10] E. BRUDER, C. MÜLLER, Severe Plastic Deformation of Sheet Metal by Linear Flow Splitting, *Proceedings of the 16<sup>th</sup> International Symposium on Plasticity and Its Current Applications*, *St. Kitts* (2010), 190-192



- 
- [Bru11] E. BRUDER, Thermische Stabilität von Stählen mit ultrafeinkörnigen Gradientengefügen und deren mechanische Eigenschaften, *Dissertation am Institut für Physikalische Metallkunde der TU Darmstadt* (2011), URN urn:nbn:de:tuda-tuprints-24152
- [Bru12] E. BRUDER, The effect of deformation texture on the thermal stability of UFG HSLA steel, *Journal of Materials Science*, Vol. 47 (2012), 7751-7758
- [Bun1965] H.J. BUNGE, Zur Darstellung allgemeiner Texturen, *Zeitschrift für Metallkunde*, Vol. 56 (1965), 872-874
- [Bun1971] H.J. BUNGE, Entstehung von Verformungstexturen in metallischen Werkstoffen, *Kristall und Technik*, Vol. 6 (1971), 677-728
- [Cao10] Y. CAO, Y.B. WANG, S.N. ALHAJERI, X.Z. LIAO, W.L. ZHENG, S.P. RINGER, T.G. LANGDON, Y.T. ZHU, A visualization of shear strain in processing by high-pressure torsion, *Journal of Materials Science*, Vol. 45 (2010), 765-770
- [Cha05] Y. CHAMPION, C. LANGLOIS, S. GUÉRIN, S. LARTIGUE-KORINEK, P. LANGLOIS, M. J. HÛTCH, Plasticity of Copper with small grain size, *Materials Science Forum*, Vol. 482 (2005), 71-76
- [Che03] S. CHENG, J.A. SPENCER, W.W. MILLIGAN, Strength and tension / compression asymmetry in nanostructured and ultrafine-grain metals, *Acta Materialia*, Vol. 51 (2003), 4505-4518
- [Cho1989] A.H. CHOKSHI, A. ROSEN, J. KARCH, H. GLEITER, On the validity of the hall-petch relationship in nanocrystalline materials, *Scripta Metallurgica*, Vol. 23 (1989), 1679-1684
- [Chu10] R. CHULIST, W. SKROTZKI, C.-G. OERTEL, A. BÖHM, T. LIPPMANN, E. RYBACKID, Microstructure and texture in  $\text{Ni}_{50}\text{Mn}_{29}\text{Ga}_{21}$  deformed by high-pressure torsion, *Scripta Materialia*, Vol. 62 (2010), 650-653
- [Dai07] K. DAI, L. SHAW, Comparison between shot peening and surface nanocrystallization and hardening processes, *Materials Science and Engineering A*, Vol. 463 (2007), 46-53

- 
- [Dal02] F. DALLA TORRE, H. VAN SWYGENHOVEN, M. VICTORIA, Nanocrystalline electrodeposited Ni: microstructure and tensile properties, *Acta Materialia*, Vol. 50 (2002), 3957–3970
- [Eng10] O. ENGLER, V. RANDLE, Introduction to Texture Analysis: Macrotexture, Microtexture and Orientation Mapping, 2. Edition, *CRC Press* (2010), ISBN: 978-1-4200-6365-3
- [Erb1995] U. ERB, A.M. EL-SHERIK, Synthesis of bulk nanocrystalline nickel by pulsed electrodeposition, *Journal of Materials Science*, Vol. 30 (1995), 5743–5749
- [Fig07] R.B. FIGUEIREDO, P.R. CETLIN, T.G. LANGDON, The processing of difficult-to-work alloys by ECAP with an emphasis on magnesium alloys, *Acta Materialia*, Vol. 55 (2007), 4769–4779
- [Fri11] P. FRINT, M. HOCKAUF, D. DIETRICH, T. HALLE, M.F.-X. WAGNER, T. LAMPKE, Influence of strain gradients on the grain refinement during industrial scale ECAP, *Materialwissenschaft und Werkstofftechnik*, Vol. 42 (2011), 680–685
- [Fur1996] M. FURUKAWA, Z. HORITA, M. NEMOTO, R. Z. VALIEV, T.G. LANGDON, Microhardness measurements and the hall-petch relationship in an Al-Mg alloy with submicrometer grain size, *Acta Materialia*, Vol. 44 (1996), 4619–4629
- [Fur01] M. FURUKAWA, Z. HORITA, M. NEMOTO, T.G. LANGDON, Processing of metals by equal-channel angular pressing, *Journal of Materials Science*, Vol. 36 (2001), 2835–2843
- [Gaz06] A.A. GAZ, F. DALLA TORRE, C.F. GU, C.H.J. DAVIES, E.V. PERELOMA, Microstructure and texture evolution of bcc and fcc metals subjected to equal channel angular extrusion, *Materials Science and Engineering A*, Vol. 415 (2006), 126–139
- [Gho1998] A. GHOLINIA, J.R. BOWEN, P.B. PRANGNELL, F.J. HUMPHREYS, Formation of homogeneous ultra-fine grain structures in aluminum alloys by equal channel angular extrusion. In: *Proceedings of the 6<sup>th</sup> International Conference on Aluminum Alloys (ICAA-6)*, Editors: T. Sato et al., Japan (1998), 577–582

- 
- 
- [Gho02] A. GHOLINIA, P. BATE, P.B. PRANGNELL, Modelling texture development during equal channel angular extrusion of aluminium, *Acta Materialia*, Vol. 50 (2002), 2121-2136
- [Gib1998] M.A. GIBBS, K.T. HARTWIG, L.R. CORNWELL, R.E. GOFORTH, E.A. PAYZANT, Texture formation in bulk iron processed by simple shear, *Scripta Materialia*, Vol. 39 (1998), 699-1704
- [Gle00] H. GLEITER, Nanostructured materials: basic concepts and microstructure, *Acta Materialia*, Vol. 48 (2000), 1-29
- [Got01] G. GOTTSTEIN, *Physikalische Grundlagen der Materialkunde*, 2. Auflage, Springer (2001), ISBN: 3-540-41961-6
- [Gro1999] J.R. GROZA, Nanosintering, *Nanostructured Materials*, Vol. 12 (1999), 987-992
- [Gro04] P. GROCHE, D. VUCIC, M. JÖCKEL, Steifigkeitsoptimierter Leichtbau durch neue Umformverfahren für Blech, *Tagungsband MAT-INFO Werkstoff-Informationsgesellschaft mbH Weinheim* (2004)
- [Gro07a] P. GROCHE, J. RINGLER, D. VUCIC, New forming processes for sheet metal with large plastic deformation, *Key Engineering Materials*, Vol. 344 (2007), 251-258
- [Gro07b] P. GROCHE, J. RINGLER, Neue Produkte und Produkteigenschaften durch integral gefertigte verzweigte Strukturen aus Blech, *1. Zwischenkolloquium des SFB 666, Tagungsband*, Hrsg.: P. Groche, Meisenbach Verlag (2007), 17-24, ISBD: 978-3-87525-252-1
- [Gro07c] P. GROCHE, D. VUCIC, M. JÖCKEL, Basics of linear flow splitting, *Journal of Materials Processing Technology*, Vol. 183 (2007), 249-255
- [Gro09] P. GROCHE, J. RINGLER, T. ABU SHREEHAH, Bending-Rolling combinations for strips with optimized cross-section geometries, *CIRP Annals-Manufacturing Technology*, Vol. 58 (2009), 263-266
- [Hal1951] E.O. HALL, The deformation and ageing of mild steel: III Discussion and results, *Proceedings of the Physical Society*, Vol. 64 (1951), 747-753

- 
- [Han1978] J. HANSEN, J. POSPIECH, K. LÜCKE, *Tables for Texture Analysis of Cubic Crystals*, Springer (1978), ISBN: 0-387-08689-7
- [Han04] N. HANSEN, Hall-Petch relation and boundary strengthening, *Scripta Materialia*, Vol. 51 (2004), 801-806
- [Hoc08] M. HOCKAUF, L.W. MEYER, D. NICKEL, G. ALISCH, T. LAMPKE, B. WIELAGE, L. KRÜGER, Mechanical properties and corrosion behavior of ultrafine-grained AA6082 produced by equal-channel angular pressing, *Journal of Materials Science*, Vol. 43 (2008), 7409-7417
- [Hoh10a] A. HOHENWARTER, R. PIPPAN, Anisotropic fracture behavior of ultrafine-grained iron, *Materials Science and Engineering A*, Vol. 527 (2010), 2649-2656
- [Hoh10b] A. HOHENWARTER, C. KAMMERHOFER, R. PIPPAN, The ductile to brittle transition of ultrafine-grained Armco iron: an experimental study, *Journal of Materials Science*, Vol. 45 (2010), 4805-4810
- [Höl1994] M. HÖLSCHER, D. RAABE, K. LÜCKE, Relationship between rolling textures and shear textures in f.c.c. and b.c.c. metals, *Acta Metallurgica et Materialia*, Vol. 42 (1994), 879-886
- [Hor01] Z. HORITA, T. FUJINAMI, M. NEMOTO, T.G. LANGDON, Improvement of mechanical properties for Al alloys using equal-angular channel pressing, *Journal of Materials Processing Technology*, Vol. 117 (2001), 288-292
- [Hua03] X. HUANG, N. TSUJI, N. HANSEN, Y. MINAMINO, Microstructural evolution during accumulative roll-bonding of commercial purity aluminum, *Materials Science and Engineering A*, Vol. 340 (2003), 265-271
- [Hua11] S.-J. HUANG, V.I. SEMENOV, L.S. SHUSTER, P.-C. LIN, Tribological properties of the low-carbon steels with different microstructure processed by heat treatment and severe plastic deformation, *Wear*, Vol. 271 (2011), 705-711
- [Hug1997] D.A. HUGHES, N. HANSEN, High angle boundaries formed by grain subdivision mechanisms, *Acta Materialia*, Vol. 45 (1997), 3871-3886
- [Hug03] D.A. HUGHES, N. HANSEN, D.J. BAMMANN, Geometrically necessary boundaries, incidental dislocation boundaries and geometrically necessary dislocations, *Scripta Materialia*, Vol. 48 (2003), 147-153

- 
- 
- [Hum1999] F.J. HUMPHREYS, P.B. PRANGNELL, J.R. BOWEN, A. GHOLINIA, C. HARRIS, Developing stable fine-grain microstructures by large strain deformation, *Phil. Trans. R. Soc. Lond. A*, Vol. 357 (1999), 1663-1681
- [Hül08] M.S. HÜLLER, Mechanische Eigenschaften und thermische Stabilität der durch Kugelmahlen nanostrukturierten Legierungen AlMg4,8, AA6061 und AlMgSc, *Dissertation an der Technischen Fakultät der Universität Erlangen-Nürnberg* (2008)
- [Iva05] Y. IVANISENKO, R.Z. VALIEV, H.-J. FECHT, Grain boundary statistics in nanostructured iron produced by high pressure torsion, *Materials Science and Engineering A*, Vol. 390 (2005), 159-165
- [Iva12] Y. IVANISENKO, W. SKROTZKI, R. CHULIST, T. LIPPMANN, L. KURMANAEVA, Texture development in a nanocrystalline Pd–Au alloy studied by synchrotron radiation, *Scripta Materialia*, Vol. 66 (2012), 131-134
- [Iwa1996] Y. IWAHASHI, J. WANG, Z. HORITA, M. NEMOTO, T.G. LANGDON, Principle of equal-channel angular pressing for the processing of ultra-fine grained materials, *Scripta Materialia*, Vol. 35 (1996), 143-146
- [Iwa1997] Y. IWAHASHI, Z. HORITA, M. NEMOTO, T.G. LANGDON, An investigation of microstructural evolution during equal-channel angular pressing, *Acta Materialia*, Vol. 45 (1997), 4733-4741
- [Iwa1998] Y. IWAHASHI, Z. HORITA, M. NEMOTO, T.G. LANGDON, The process of grain refinement in equal-channel angular pressing, *Acta Materialia*, Vol. 46 (1998), 3317-3331
- [Jia03] D. JIA, K.T. RAMESH, E. MA, Effects of nanocrystalline and ultrafine grain sizes on constitutive behavior and shear bands in iron, *Acta Materialia*, Vol. 51 (2003), 3495-3509
- [Jöc05] M. JÖCKEL, Grundlagen des Spaltprofilierens von Blechplatten, *Dissertation am Institut für Produktion und Umformmaschinen der TU Darmstadt*, Shaker Verlag (2005), ISBN: 3-8322-4218-X
- [Kam07] N. KAMIKAWA, T. SAKAI, N. TSUJI, Effect of redundant shear strain on microstructure and texture evolution during accumulative roll-bonding in ultralow carbon IF steel, *Acta Materialia*, Vol. 55 (2007), 5873–5888



- 
- [Kam09] N. KAMIKAWA, X. HUANG, N. TSUJI, N. HANSEN, Strengthening mechanisms in nanostructured high-purity aluminium deformed to high strain and annealed, *Acta Materialia*, Vol. 57 (2009), 4198-4208
- [Kil04] A.R. KILMAMETOV, I.V. ALEXANDROV, A.A. DUBRAVINA, Texture Analysis of Nanostructured Metals Produced by Severe Plastic Deformation, *Materials Science Forum*, Vol. 443-444 (2004), 243-246
- [Kim00] H.S. KIM, M.H. SEO, S.I. HONG, On the die corner gap formation in equal channel angular pressing, *Materials Science and Engineering A*, Vol. 291 (2000), 86-90
- [Klo07] R. DE KLOE, Vortrag im Rahmen der "OIM Academy Wiesbaden", Firma EDAX (2007)
- [Koc00] U.F. KOCKS, C.N. TOMÉ, H.-R. WENK, Texture and Anisotropy, *Cambridge University Press* (2000), ISBN 0-521-79420-X
- [Koc09] C.C. KOCH, Nanostructured Materials: An Overview, In: *Bulk Nanostructured Materials*, Editors: M.J. Zehetbauer, Y.T. Zhu, Wiley-VCH (2009), 3-20, ISBN: 978-3-527-31524-6
- [Kum03] K.S. KUMAR, H. VAN SWYGENHOVEN, S. SURESH, Mechanical behavior of nanocrystalline metals and alloys, *Acta Materialia*, Vol. 51 (2003), 5743-5774
- [Kra05] N. KRASILNIKOV, W. LOJKOWSKI, Z. PAKIELA, R. VALIEV, Tensile strength and ductility of ultra-fine-grained nickel processed by severe plastic deformation, *Materials Science and Engineering A*, Vol. 397 (2005), 330-337
- [Krü01] L. KRÜGER, Untersuchungen zum Festigkeits-, Verformungs- und Versagensverhalten der Legierung Ti-6-22-22S in Abhängigkeit von der Temperatur, der Dehngeschwindigkeit und dem Spannungszustand, *Dissertation an der Fakultät für Maschinenbau und Verfahrenstechnik der TU Chemnitz* (2001)
- [Lee02] S.H. LEE, Y. SAITO, N. TSUJI, H. UTSUNOMIYA, T. SAKAI, Role of shear strain in ultragrain refinement by accumulative roll-bonding (ARB) process, *Scripta Materialia*, Vol. 46 (2002), 281-285

- 
- [Li05] S. LI, I.J. BEYERLEIN, M.A.M. BOURKE, Texture formation during equal channel angular extrusion of fcc and bcc materials: comparison with simple shear, *Materials Science and Engineering A*, Vol. 394 (2005), 66-77
- [Liu03] M. LIU, B. SHI, J. GUO, X. CAI, H. SONG, Lattice constant dependence of elastic modulus for ultrafine grained mild steel, *Scripta Materialia*, Vol. 49 (2003), 167-171
- [Lu1993] K. LU, M.L. SUI, An explanation to the abnormal hall-petch relation in nanocrystalline materials, *Scripta Metallurgica and Materialia*, Vol. 28 (1993), 1465-1470,
- [Lu04] K. LU, J. LU, Nanostructured surface layer on metallic materials induced by surface mechanical attrition treatment, *Materials Science and Engineering A*, Vol. 375-377 (2004), 38-45
- [Lu09] K. LU, L. SHAW, Bulk Materials with a Nanostructured Surface and Coarse-grained Interior, In: *Bulk Nanostructured Materials*, Editors: M.J. Zehetbauer, Y.T. Zhu, Wiley-VCH (2009), 649-671, ISBN: 978-3-527-31524-6
- [Ma03] E. MA, Instabilities and ductility of nanocrystalline and ultrafine-grained metals, *Scripta Materialia*, Vol. 49 (2003), 663-668
- [Mar03] J. MARKMANN, P. BUNZEL, H. RÖSNER, K.W. LIU, K.A. PADMANABHAN, R. BIRRINGER, H. GLEITER, J. WEISSMÜLLER, Microstructure evolution during rolling of inert-gas condensed palladium, *Scripta Materialia*, Vol. 49 (2003), 637-644
- [Mar07] N.A. MARAA, A.V. SERGUEEVA, T.D. MARA, S.X. MCFADDEN, A.K. MUKHERJEE, Superplasticity and cooperative grain boundary sliding in nanocrystalline Ni<sub>3</sub>Al, *Materials Science and Engineering A*, Vol. 463 (2007), 238-244
- [Mat1982] M.C. MATAYA, M.J. CARR, G. KRAUSS, Flow Localization and Shear Band Formation in a Precipitation Strengthened Austenitic Stainless Steel, *Metallurgical Transactions A*, Vol. 13 (1982), 1263-1274
- [Mes05] J. DE MESSEMAEKER, B. VERLINDEN, J. VAN HUMBEEK, Texture of IF steel after equal channel angular pressing (ECAP), *Acta Materialia*, Vol. 53 (2005), 4245-4257

- 
- [Mey1991] M.A. MEYERS, L.W. MEYER, K.S. VECCHIO, U. ANDRADE, High Strain, High Strain-Rate Deformation of Copper, *Journal de Physique*, Vol. 1 (1991), 11-17
- [Mey03] M.A. MEYERS, Y.B. XU, Q. XUE, M.T. PÉREZ-PRADO, T.R. MCNELLEY, Microstructural evolution in adiabatic shear localization in stainless steel, *Acta Materialia*, Vol. 51 (2003), 1307-1325
- [Mey06a] M.A. MEYERS, A. MISHRA, D.J. BENSON, Mechanical properties of nanocrystalline materials, *Progress in Materials Science*, Vol. 51 (2006), 427-556
- [Mey06b] M.A. MEYERS, A. MISHRA, D.J. BENSON, The Deformation Physics of Nanocrystalline Metals: Experiments, Analysis, and Computations, *Journal of the Minerals, Metals and Materials Society*, Vol. 58 (2006), 41-48
- [Mug03] H. MUGHRABI, H.W. HÖPPEL, M. KAUTZ, R.Z. VALIEV, Annealing treatments to enhance thermal and mechanical stability of ultrafine-grained metals produced by severe plastic deformation, *Zeitschrift für Metallkunde*, Vol. 94 (2003), 1079-1083
- [Mug04] H. MUGHRABI, H.W. HÖPPEL, M. KAUTZ, Fatigue and microstructure of ultrafine-grained metals produced by severe plastic deformation, *Scripta Materialia*, Vol. 51 (2004), 807-812
- [Mül07] C. MÜLLER, T. BOHN, E. BRUDER, T. BRUDER, V. LANDERSHEIM, C. EL DSOKI, P. GROCHE, D. VELEVA, Severe plastic deformation by linear flow splitting, *Materialwissenschaft und Werkstofftechnik*, Vol. 38 (2007), 842-854
- [Mül08a] C. MÜLLER, T. BOHN, E. BRUDER, P. GROCHE, UFG-Microstructures by Linear Flow Splitting, *Materials Science Forum*, Vol. 584-586 (2008), 68-73
- [Mül08b] C. MÜLLER, T. BOHN, E. BRUDER, N. HIRSCH, H. BIRKHOFFER, Linear Flow Splitting –Profile Properties and their Implementations in Product Development, *Proceedings of the 9th International Conference on Technology of Plasticity (ICTP)* (2008), 774-779
- [Nes1997] V.F. NESTERENKO, M.A. MEYERS, J.C. LASALVIA, M.P. BONDAR, Y.J. CHEN, Y.L. LUKYANOV, Shear localization and recrystallization in high-strain, high-strain-rate deformation of tantalum, *Materials Science and Engineering A*, Vol. 229 (1997), 23-41

- 
- 
- [Neu11] R. NEUGEBAUER, A. STERZING, M. BERGMANN, Mechanical properties of the AlSi1MgMn aluminium alloy (AA6082) processed by gradation rolling, *Materialwissenschaft und Werkstofftechnik*, Vol. 42 (2011), 593-598
- [Nie05] T.G. NIEH, J.G. WANG, Hall–Petch relationship in nanocrystalline Ni and Be–B alloys, *Intermetallics*, Vol. 13 (2005), 377-385
- [Orl09] D. ORLOV, P.P. BHATTACHARJEE, T. TODAKA, M. UMEMOTO, N. TSUJI, Texture evolution in pure aluminum subjected to monotonous and reversal straining in high-pressure torsion, *Scripta Materialia*, Vol. 60 (2009), 893-896
- [Ost07] F. OSTERMANN, Anwendungstechnologie Aluminium, 2. Auflage, *Springer* (2007), ISBN: 978-3-540-23882-9
- [Par04] C.M. PARK, Untersuchung von  $\alpha \rightarrow \gamma$  Mikrotransformationstexturen in Stahl mittels Orientierungsmikroskopie im hochauflösenden Rasterelektronenmikroskop, *Dissertation an der Fakultät für Georessourcen und Materialtechnik der TH Aachen* (2004)
- [Pet1953] N.J. PETCH, The cleavage strength of polycrystals, *Journal of the Iron and Steel Institute*, Vol. 174 (1953), 25-28
- [Pip10] R. PIPPAN, S. SCHERIAU, A. TAYLOR, M. HAFOK, A. HOHENWARTER, A. BACHMAIER, Saturation of Fragmentation During Severe Plastic Deformation, *Annual Review of Materials Research*, Vol. 40 (2010), 319-343
- [Pra01] P.B. PRANGNELL, J.R. BOWEN, A. GHOLINIA, The formation of submicron and nanocrystalline grain structures by severe plastic deformation, In: *Proceedings of the 22nd Risø International Symposium on Materials Science*, Editors: A.R. Dinesen et al., Roskilde (2001), 105-126
- [Ram04] K.T. RAMESH, Q. WEI, L. KECSKES, T. JIAO, K.T. HARTWIG, E. MA, Adiabatic shear banding in ultrafine-grained Fe processed by severe plastic deformation, *Acta Materialia*, Vol. 52 (2004), 1859-1869
- [Rat13] G.B. RATHMAYR, A. HOHENWARTER, R. PIPPAN, Influence of grain shape and orientation on the mechanical properties of high pressure torsion deformed nickel, *Materials Science and Engineering A*, Vol. 560 (2013), 224-231

- 
- 
- [Ray1994] R.K. RAY, J.J. JONAS, R.E. HOOK, Cold rolling and annealing textures in low carbon and extra low carbon steel, *International Materials Reviews*, Vol. 39 (1994), 129-172
- [Rin07] J. RINGLER, P. GROCHE, Grundlagen des Spaltbiegens, 1. Zwischenkolloquium des SFB 666, Tagungsband, Hrsg.: P. Groche, Meisenbach Verlag (2007), 73-78, ISBN: 978-3-87525-252-1
- [Rin08] J. RINGLER, P. GROCHE, Spaltbiegen – Ein neues Verfahren für integrale Verzweigungen aus der Blechmitte, 2. Zwischenkolloquium des SFB 666, Tagungsband, Hrsg.: P. Groche, Meisenbach Verlag (2008), 63-71, ISBN: 978-3-87525-283-5
- [Rog1979] H.C. ROGERS, Adiabatic Plastic Deformation, *Annual Review of Materials Science*, Vol. 9 (1979), 283-311
- [Sab08] I. SABIROV, Y. ESTRIN, M.R. BARNETT, I. TIMOKHINA, P.D. HODGSON, Tensile deformation of an ultrafine-grained aluminium alloy: Micro shear banding and grain boundary sliding, *Acta Materialia*, Vol. 56 (2008), 2223-2230
- [Sai1999] Y. SAITO, H. UTSUNOMIYA, N. TSUJI, T. SAKAI, Novel ultra-high straining process for bulk materials - development of the accumulative roll-bonding (ARB) process, *Acta Materialia*, Vol. 47 (1999), 579-583
- [Sau12] X. SAUVAGE, G. WILDE, S.V. DIVINSKI, Z. HORITA, R.Z. VALIEV, Grain boundaries in ultrafine grained materials processed by severe plastic deformation and related phenomena, *Materials Science and Engineering A*, Vol. 540 (2012), 1-12
- [Sch12] J. SCHUSTER, C. MÜLLER, Ermüdung randschichtmodifizierter Profile mit UFG Gefüge, 4. Zwischenkolloquium des SFB 666, Tagungsband, Hrsg.: P. Groche, Meisenbach Verlag (2012), 83-90, ISBN: 978-3-87525-332-0
- [Seb01] R. SEBALD, Modellierung der Rekristallisationstextur: Wechselwirkung zwischen Keimbildung und Keimwachstum, *Dissertation an der Fakultät für Bergbau, Hüttenwesen und Geowissenschaften der TH Aachen* (2001)
- [Seg1981] V.M. SEGAL, V.I. REZNIKOV, A.E. DROBYSHEVSKIY, I.V. KOPYLOV, Plastic working of metals by simple shear, *Russian Metallurgy* (1981), 99-105



- 
- [Seg1995] V.M. SEGAL, Materials processing by simple shear, *Materials Science and Engineering A*, Vol. 197 (1995), 157-164
- [Seg04] V.M. SEGAL, Engineering and commercialization of equal channel angular extrusion (ECAE), *Materials Science and Engineering A*, Vol. 386 (2004), 269-276
- [Sha05] M.R. SHANKAR, S. CHANDRASEKAR, A.H. KING, W.D. COMPTON, Microstructure and stability of nanocrystalline aluminum 6061 created by large strain machining, *Acta Materialia*, Vol. 53 (2005), 4781-4793
- [Shi01] D.H. SHIN, I. KIM, J. KIM, K.-T. PARK, Grain refinement mechanism during equal-channel angular pressing of a low-carbon steel, *Acta Materialia*, Vol. 49 (2001), 1285-1292
- [Sie1993] R.W. SIEGEL, Nanostructured Materials: Mind over Matter, *Nanostructured Materials*, Vol. 4 (1993), 121-138
- [Skl05] V. SKLENIČKA, J. DVOŘÁK, M. SVOBODA, P. KRÁL, B. VLACH, Effect of Processing Route on Microstructure and Mechanical Behaviour of Ultrafine Grained Metals Processed by Severe Plastic Deformation, *Materials Science Forum*, Vol. 482 (2005), 83-88
- [Son1999] H.W. SONG, S.R. GUO, Z.Q. HU, A coherent polycrystal model for the inverse Hall-Petch relation in nanocrystalline materials, *Nanostructured Materials*, Vol. 11 (1999), 203-210
- [Son06] R. SONG, D. PONGE, D. RAABE, J.G. SPEER, D.K. MATLOCK, Overview of processing, microstructure and mechanical properties of ultrafine grained bcc steels, *Materials Science and Engineering A*, Vol. 441 (2006), 1-17
- [Sto1999] V.V. STOLYAROV, Y.T. ZHU, T.C. LOWE, R.K. ISLAMGALIEV, R.Z. VALIEV, A two step SPD processing of ultrafine-grained titanium, *Nanostructured Materials*, Vol. 11 (1999), 947-954
- [Sur1995] C. SURYANARAYANA, Nanocrystalline materials, *International Materials Reviews*, Vol. 40 (1995), 41-64
- [Tao02] N.R. TAO, Z.B. WANG, W.P. TONG, M.L. SUI, J. LU, K. LU, An investigation of surface nanocrystallization mechanism in Fe induced by surface mechanical attrition treatment, *Acta Materialia*, Vol. 50 (2002), 4603-4616

- 
- 
- [Tod07] Y. TODAKA, M. UMEMOTO, J. YIN, Z. LIU, K. TSUCHIYA, Role of strain gradient on grain refinement by severe plastic deformation, *Materials Science and Engineering A*, Vol. 462 (2007), 264-268
- [Tom12] A. TOMASELLA, V. KAUNE, V. LANDERSHEIM, H. KAUFMANN, H. HANSELKA, E. BRUDER, C. MÜLLER, Fatigue Properties and Analysis of Fracture Surface and Crack Path of Ultrafine-Grained Structures produced by Severe Plastic Deformation, *Proceedings of the 4th international conference on crack paths* (2012), 701-710, ISBN: 978-88-95940-44-1
- [Tsu1999] N. TSUJI, Y. SAITO, H. UTSUNOMIYA, S. TANIGAWA, Ultra-fine grained bulk steel produced by Accumulative Roll-Bonding (ARB) process, *Scripta Materialia*, Vol. 40 (1999), 795-800
- [Tsu02] N. TSUJI, Y. ITO, Y. SAITO, Y. MINAMINO, Strength and ductility of ultrafine grained aluminum and iron produced by ARB and annealing, *Scripta Materialia*, Vol. 47 (2002), 893-899
- [Tsu03] N. TSUJI, Y. SAITO, S.H. LEE, Y. MINAMINO, ARB (Accumulative Roll-Bonding) and other new Techniques to Produce Bulk Ultrafine Grained Materials, *Advanced Engineering Materials*, Vol. 5 (2003), 338-344
- [Tsu09a] N. TSUJI, Ultrafine grained steels managing both high strength and ductility, *Journal of Physics: Conference Series*, Vol. 165 (2009), doi:10.1088/1742-6596/165/1/012010
- [Tsu09b] N. TSUJI, Fabrication of Bulk Nanostructured Materials by Accumulative Roll Bonding (ARB), In: *Bulk Nanostructured Materials*, Editors: M.J. Zehetbauer, Y.T. Zhu, Wiley-VCH (2009), 235-253, ISBN 978-3-527-31524-6
- [Val1997] R.Z. VALIEV, Structure and mechanical properties of ultrafine-grained metals, *Materials Science and Engineering A*, Vol. 234-236 (1997), 59-66
- [Val00] R.Z. VALIEV, R.K. ISLAMGALIEV, I.V. ALEXANDROV, Bulk nanostructured materials from severe plastic deformation, *Progress in Materials Science*, Vol. 45 (2000) 103-189
- [Val01] R.Z. VALIEV, Developing SPD Methods for Processing Bulk Nanostructured Materials with Enhanced Properties, *Metals and Materials International*, Vol. 7 (2001), 413-420

- 
- [Val02] R.Z. VALIEV, I.V. ALEXANDROV, Y.T. ZHU, T.C. LOWE, Paradox of strength and ductility in metals processed by severe plastic deformation, *Journal of Materials Research*, Vol. 17 (2002), 5-8
- [Val06] R.Z. VALIEV, Y. ESTRIN, Z. HORITA, T.G. LANGDON, M.J. ZEHETBAUER, Y.T. ZHU, Producing Bulk Ultrafine-Grained Materials by Severe Plastic Deformation, *Journal of the Minerals, Metals and Materials Society*, Vol. 58 (2006), 33-39
- [Val09] R.Z. VALIEV, A.A. NAZAROV, Bulk Nanostructured Materials by SPD Processing: Techniques, Microstructures and Properties, In: *Bulk Nanostructured Materials*, Editors: M.J. Zehetbauer, Y.T. Zhu, Wiley-VCH (2009), 21-48, ISBN: 978-3-527-31524-6
- [Val12] R.Z. VALIEV, I. SABIROV, A.P. ZHILYAEV, T.G. LANGDON, Bulk Nanostructured Metals for Innovative Applications, *Journal of the Minerals, Metals and Materials Society*, Vol. 64 (2012), 1134-1142
- [Vor04] A. VORHAUER, R. PIPPAN, On the homogeneity of deformation by high pressure torsion, *Scripta Materialia*, Vol. 51 (2004), 921-925
- [Vuc07] D. VUCIC, P. GROCHE, Erweitern der Verfahrensgrenzen beim Spaltprofilieren, 1. *Zwischenkolloquium des SFB 666, Tagungsband*, Hrsg.: P. Groche, Meisenbach Verlag (2007), 67-72, ISBD: 978-3-87525-252-1
- [Vuc08] D. VUCIC, P. GROCHE, Herstellen und Weiterverarbeiten verzweigter Profile, 2. *Zwischenkolloquium des SFB 666, Tagungsband*, Hrsg.: P. Groche, Meisenbach Verlag (2008), 51-62, ISBD: 978-3-87525-283-5
- [Vuc10] D. VUCIC, Methoden zum Herstellen und Weiterverarbeiten von Spaltprofilen, *Dissertation am Institut für Produktion und Umformmaschinen der TU Darmstadt*, Shaker Verlag (2010), ISBN: 978-3-8322-9266-9
- [Wan1997] N. WANG, Z. WANG, K.T. AUST, U. ERB, Room temperature creep behavior of nanocrystalline nickel produced by an electrodeposition technique, *Materials Science and Engineering A*, Vol. 237 (1997), 150-158
- [Wan03] Y.M. WANG, E. MA, Strain Hardening and Strain Rate Sensitivity of Ultrafine-Grained Metals, *Journal of Metastable and Nanocrystalline*, Vol. 17 (2003), 55-64

- 
- 
- [Wan04] Y.M. WANG, E. MA, Three strategies to achieve uniform tensile deformation in a nanostructured metal, *Acta Materialia*, Vol. 52 (2004), 1699-1709
- [Wan09] Y.M. WANG, E. MA, Mechanical Properties of Bulk Nanostructured Metals, In: *Bulk Nanostructured Materials*, Editors: M.J. Zehetbauer, Y.T. Zhu, Wiley-VCH (2009), 425-453 , ISBN: 978-3-527-31524-6
- [Weg1998] C.W. WEGST, *Stahlschlüssel*, Verlag Stahlschlüssel Wegst GmbH (1998), ISBN: 3-922599-14-1
- [Wei02] Q. WEI, D. JIA, K. T. RAMESH, E. MA, Evolution and microstructure of shear bands in nanostructured Fe, *Applied Physics Letters*, Vol. 81 (2002), 1240-1242
- [Wei04] Q. WEI, S. CHENG, K.T. RAMESH, E. MA, Effect of nanocrystalline and ultrafine grain sizes on the strain rate sensitivity and activation volume: fcc versus bcc metals, *Materials Science and Engineering A*, Vol. 381 (2004), 71-79
- [Wen04] H.-R. WENK, P. VAN HOUTTE, Texture and anisotropy, *Reports on progress in physics*, Vol. 67 (2004) 1367-1428
- [Wet04] F. WETSCHER, A. VORHAUER, R. STOCK, R. PIPPAN, Structural refinement of low alloyed steels during severe plastic deformation, *Materials Science and Engineering A*, Vol. 387-389 (2004), 809-816
- [Wu02] X. WU, N. TAO, Y. HONG, B. XU, J. LU, K. LU, Microstructure and evolution of mechanically-induced ultrafine grain in surface layer of AL-alloy subjected to USSP, *Acta Materialia*, Vol. 50 (2002), 2075-2084
- [Xie02] C.L. XIE, E. NAKAMACHI, The effect of crystallographic textures on the formability of high-strength steel sheets, *Journal of Materials Processing Technology*, Vol. 122 (2002), 104-111
- [Xu1996] Y.B. XU, Y.L. BAI, Q. XUE, L.T. SHEN, Formation, Microstructure and Development of the localized Shear Deformation In Low-Carbon Steels, *Acta Materialia*, Vol. 44 (1996), 1917-1926

- 
- [Xu05] C. XU, M. FURUKAWA, Z. HORITA, T.G. LANGDON, The evolution of homogeneity and grain refinement during equal-channel angular pressing: A model for grain refinement in ECAP, *Materials Science and Engineering A*, Vol. 398 (2005), 66-76
- [Xue06a] Q. XUE, G.T. GRAY, Development of Adiabatic Shear Bands in Annealed 316L Stainless Steel: Part I. Correlation between Evolving Microstructure and Mechanical Behavior, *Metallurgical and Materials Transactions A*, Vol. (2006), 2435-2446
- [Xue06b] Q. XUE, G.T. GRAY, Development of Adiabatic Shear Bands in Annealed 316L Stainless Steel: Part II. TEM Studies of the Evolution of Microstructure during Deformation Localization, *Metallurgical and Materials Transactions A*, Vol. (2006), 2447-2458
- [Yan10] K. YANG, Y. IVANISENKO, A. CARON, A. CHUVILIN, L. KURMANAEVA, T. SCHERER, R.Z. VALIEV, H.-J. FECHT, Mechanical behaviour and in situ observation of shear bands in ultrafine grained Pd and Pd-Ag alloys, *Acta Materialia*, Vol. 58 (2010), 967-978
- [Zeh03] M.J. ZEHETBAUER, H.P. STÜWE, A. VORHAUER, E. SCHAFER, J. KOHOUT, The Role of Hydrostatic Pressure in Severe Plastic Deformation, *Advanced Engineering Materials*, Vol. 5 (2003), 330-337
- [Zen1944] C. ZENER, J. H. HOLLOMON, Effect of Strain Rate Upon Plastic Flow of Steel. *Journal of Applied Physics*, Vol. 15 (1944), 22-32
- [Zha04] Y.H. ZHAO, X.Z. LIAO, Z. JIN, R.Z. VALIEV, Y.T. ZHU, Microstructures and mechanical properties of ultrafine grained 7075 Al alloy processed by ECAP and their evolutions during annealing, *Acta Materialia*, Vol. 52 (2004), 4589-4599
- [Zha09] Y.H. ZHAO, Y.Z. GUO, Q. WEI, T.D. TOPPING, A.M. DANGELEWICZ, Y.T. ZHU, T.G. LANGDON, E.J. LAVERNIA, Influence of specimen dimensions and strain measurement methods on tensile stress-strain curves, *Materials Science and Engineering A*, Vol. 525 (2009), 68-77
- [Zhi05] A.P. ZHILYAEV, K. OH-ISHI, T.G. LANGDON, T.R. MCNELLEY, Microstructural evolution in commercial aluminum during high-pressure torsion, *Materials Science and Engineering A*, Vol. 410-411 (2005), 277-280



- 
- [Zhi07] A.P. ZHILYAEV, T.R. MCNELLEY, T.G. LANGDON, Evolution of microstructure and microtexture in fcc metals during high-pressure torsion, *Journal of Materials Science*, Vol. 42 (2007), 1517-1528
- [Zhu00] Y.T. ZHU, T.C. LOWE, Observations and issues on mechanisms of grain refinement during ECAP process, *Materials Science and Engineering A*, Vol. 291 (2000), 46-53

---

## EIGENE VERÖFFENTLICHUNGEN

V. KAUNE, C. MÜLLER, Charakteristische Eigenschaften von Spaltbiegeprofilen, 3. *Zwischenkolloquium des SFB 666, Tagungsband*, Hrsg.: P. Groche, Meisenbach Verlag (2010), 85-90, ISBN: 978-3-87525-301-6

V. KAUNE, C. MÜLLER, Formation of UFG-surface layers on a HSLA steel by a continuous Surface-SPD-Process, *Materials Science and Engineering A*, Vol. 535 (2012), 1-5

V. KAUNE, C. MÜLLER, Umformverhalten von Spaltprofilen mit ultrafeinkörnigen Oberflächenschichten, 4. *Zwischenkolloquium des SFB 666, Tagungsband*, Hrsg.: P. Groche, Meisenbach Verlag (2012), 93-98, ISBN: 978-3-87525-332-0

A. TOMASELLA, V. KAUNE, V. LANDERSHEIM, H. KAUFMANN, H. HANSELKA, E. BRUDER, C. MÜLLER, Fatigue Properties and Analysis of Fracture Surface and Crack Path of Ultrafine-Grained Structures produced by Severe Plastic Deformation, *In: Proceedings of the 4th international conference on crack paths (CP 2012)* (2012), 701-710, ISBN: 978-88-95940-44-1

P. GROCHE, H. BIRKHOFFER, O. BAUER, T. GÖLLNER, S. GRAMLICH, V. KAUNE, F. RULLMANN, O. WEITZMANN, Potenziale einer durchgängigen Produktentstehung – Nutzung technologieinduzierter Eigenschaften zur Entwicklung von Blechstrukturen, *In: Konstruktion, Springer VDI-Verlag, Düsseldorf*, Vol. 11-12 (2012), 85-90

S. SCHÄFER, S. ABEDINI, P. GROCHE, F. BÄCKER, C. LUDWIG, E. ABELE, B. JALIZI, C. MÜLLER, V. KAUNE, Verbindungstechniken durch die Technologie des SFB 666, *In: Bauingenieur, Springer VDI-Verlag, Düsseldorf*, Vol. 1 (2013), 8-13

C. LUDWIG, V. HAMMEN, P. GROCHE, V. KAUNE, C. MÜLLER, Fertigung qualitätsoptimierter Spaltprofile durch Variation schnell änderbarer Prozessgrößen und deren Einfluss auf die Materialeigenschaften, *Materialwissenschaft und Werkstofftechnik*, Vol. 44 (2013), 601-611

## A Anhang

### A.1 Abbildungen

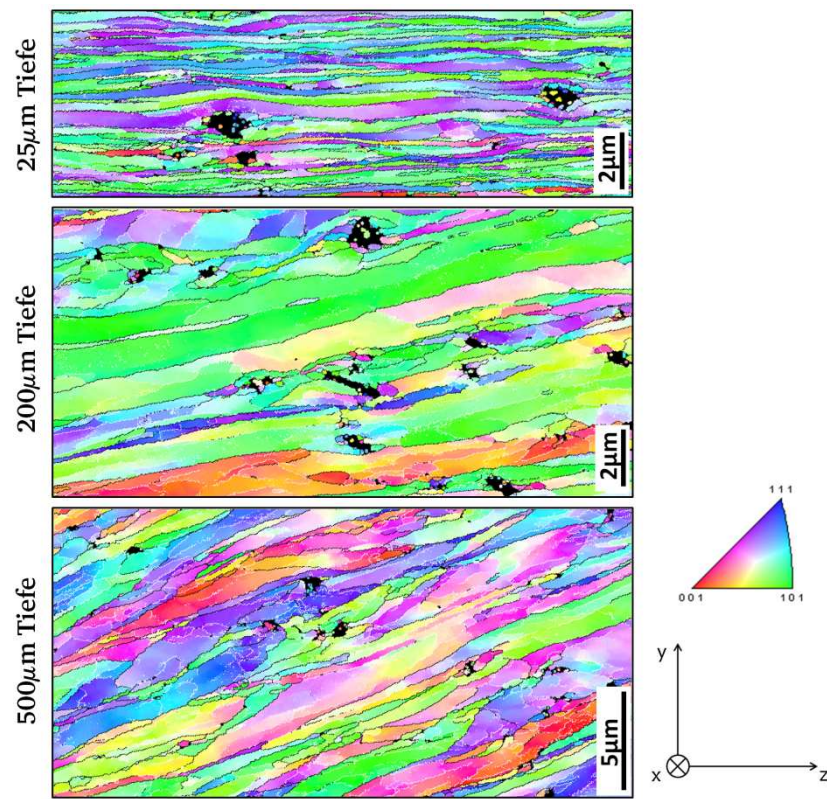


Abb. A.1: Gefüge im Querschliff des Flansches senkrecht zur Flanschoberseite in verschiedenen Tiefen des ZStE340 (IPF-Darstellung)

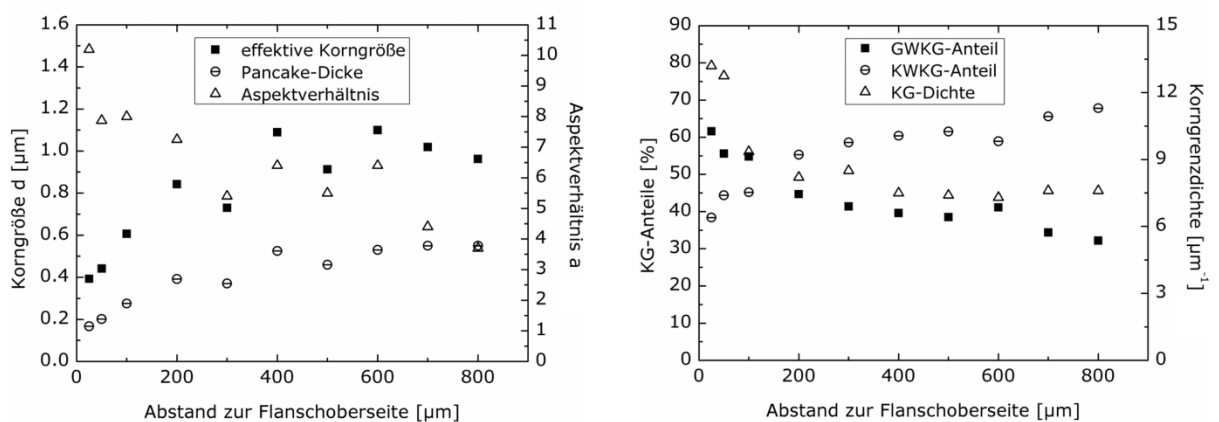


Abb. A.2: Korngrößen, Aspektverhältnisse und Korngrenzanteile senkrecht zur Flanschoberseite in verschiedenen Tiefen des ZStE340

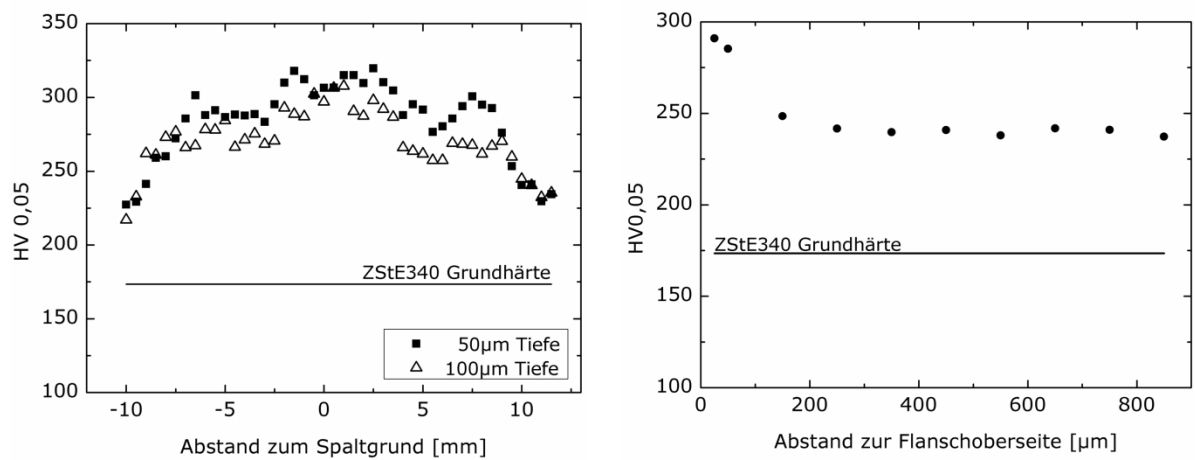


Abb. A.3: Härteverläufe parallel (links) und senkrecht (rechts) zur Flanschoberseite des ZStE340

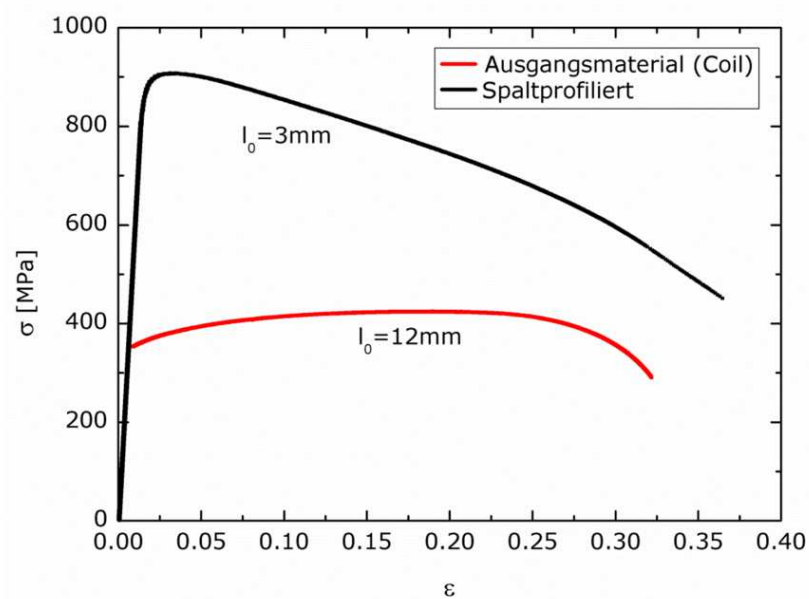


Abb. A.4: Technische Spannungs-Dehnungs-Kurven des Ausgangsmaterials und des Spaltprofils aus ZStE340

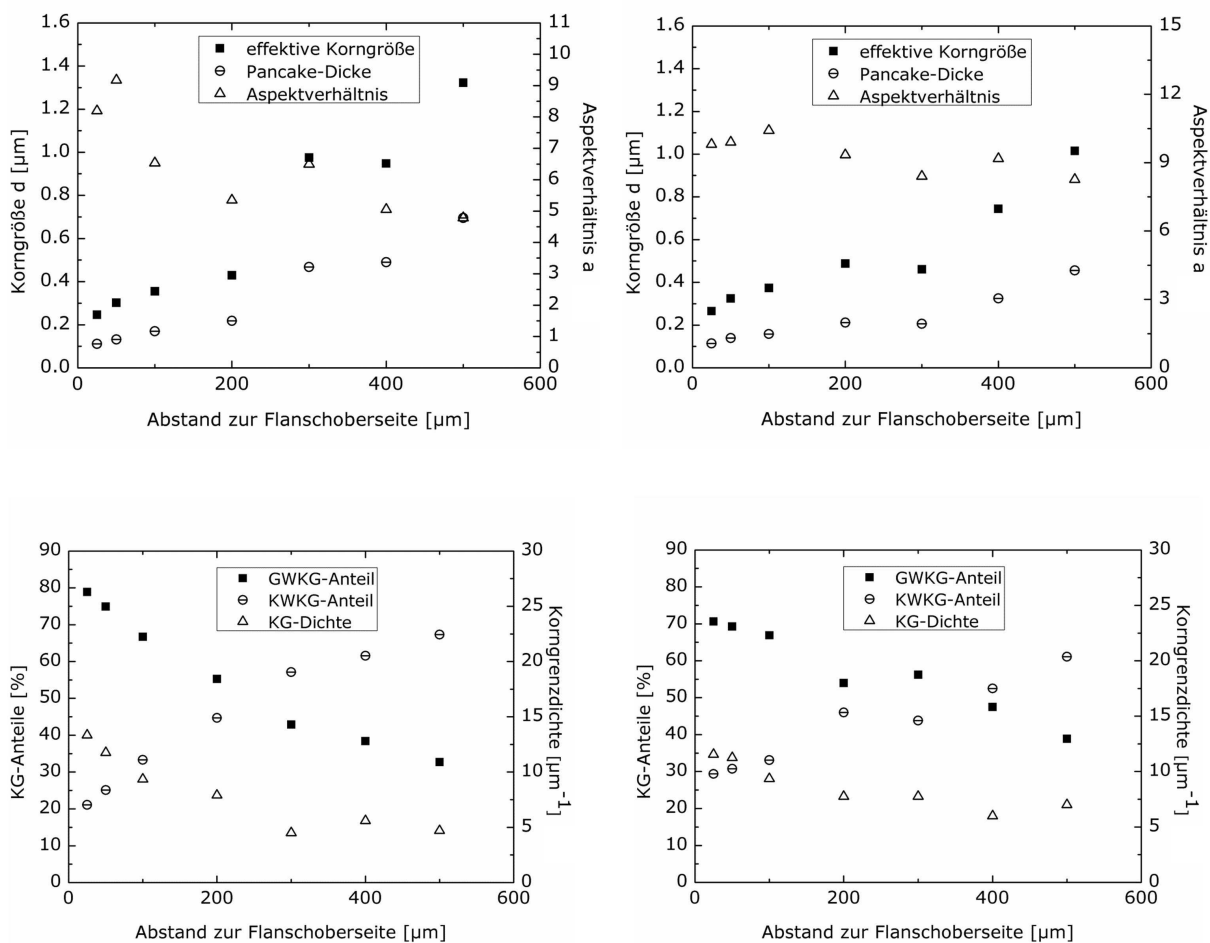


Abb. A.5: Korngrößen, Aspektverhältnisse und Korngrenzanteile senkrecht zur gespaltenen Oberfläche in verschiedenen Tiefen des Spaltbiegeprofils aus DD11; linke Spalte: Flansch; rechte Spalte: Spaltgrund



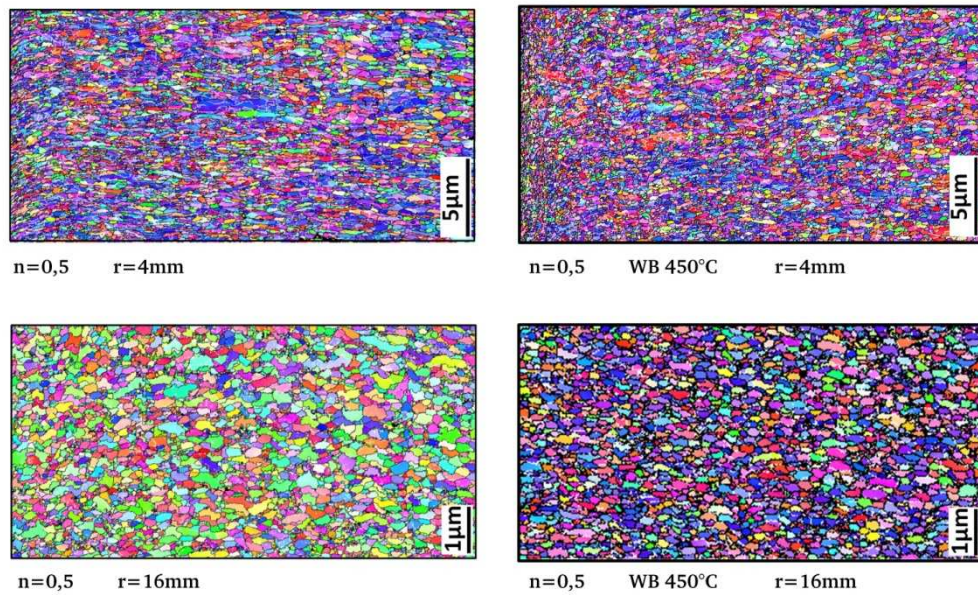


Abb. A.6: Gefüge im Querschliff der HPT-Probe aus ZStE500 mit  $n=0,5$  im unbehandelten Zustand (linke Spalte) und im wärmebehandelten Zustand (rechte Spalte, 450 °C 1h) bei einem Radius von  $r=4\text{ mm}$  (oben) und  $r=16\text{ mm}$  (unten) (IPF-Darstellungen)

Tabelle A.1: Vergleich der Gefügeparameter der HPT-Probe aus ZStE500 mit  $n=0,5$  im unbehandelten und wärmebehandelten Zustand

| $r$ [mm] |        | $d_{\text{eff}}$ [ $\mu\text{m}$ ] | $a$  | Korngrenzdicke [ $\mu\text{m}^{-1}$ ] | KWKG [%] | GWKG [%] |
|----------|--------|------------------------------------|------|---------------------------------------|----------|----------|
| 4        | unbeh. | 0,19                               | 2,6  | 13                                    | 23,6     | 76,4     |
|          | 450 °C | 0,19                               | 2,1  | 14                                    | 22,6     | 77,4     |
| 16       | unbeh. | 0,09                               | 2,1  | 31                                    | 16,2     | 83,8     |
|          | 450 °C | 0,11                               | 2,02 | 30                                    | 16,5     | 83,5     |

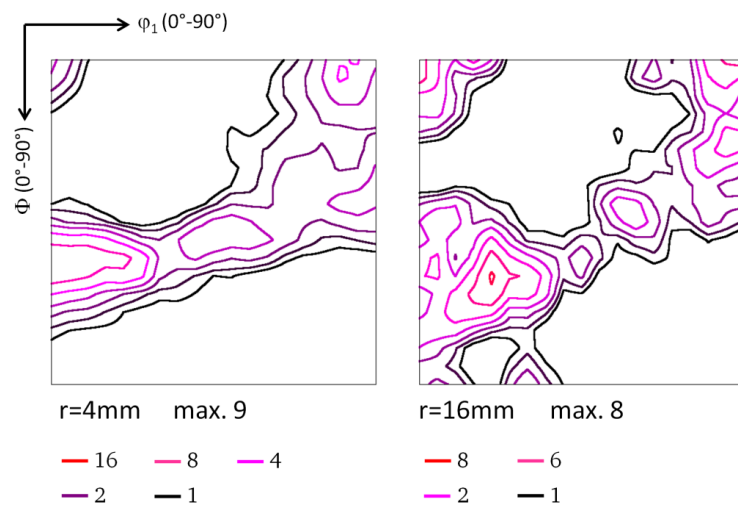


Abb. A.7: ODF-Schnitte bei  $\phi_2=45^\circ$  der HPT-Probe aus ZStE500 mit  $n=0,5$  bei verschiedenen Radien

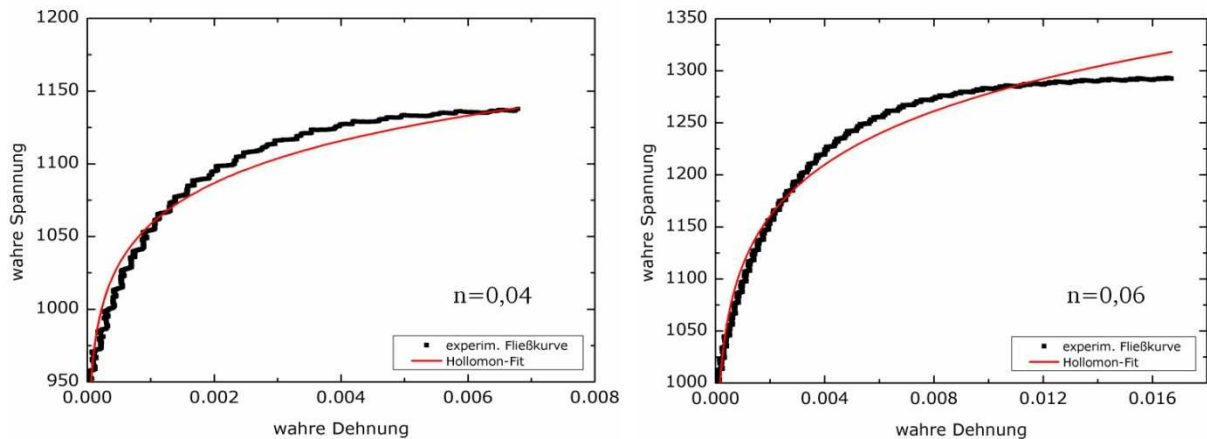


Abb. A.8: Fließkurven des Flansches des Spaltprofils (links) und einer HPT-Probe (rechts) aus ZStE500 mit dem jeweiligen Verfestigungsexponenten  $n$  (Hollomon-Fit)

## A.2 Abschätzung der Dehnrate (Biegeversuche)

Zur Berechnung der Dehnung und der Dehnrate bei der Biegung wurde das gebogene Biegestäbchen geometrisch durch einen Kreisbogen angenähert. Für die Länge des Kreisbogens  $L$  wurde der Bereich zwischen den beiden unteren Auflagern betrachtet und lässt sich durch Gleichung A.1 wie folgt berechnen:

$$L = L_0 \left( 1 - \frac{y}{r_m} \right) \quad \text{Gleichung A.1}$$

Die Länge  $L_0$  entspricht dem Abstand der beiden unteren Auflagern im ungebogenen Ausgangszustand ohne auftretende Spannungen und Dehnungen und beträgt 15 mm (Abb. A.9, oben). Im gebogenen Zustand kann diese Länge auf die neutrale Faser übertragen werden, da bei dieser die Spannungen und Dehnungen im gebogenen Zustand Null betragen (Abb. A.9, Mitte). Die Lage bzw. Tiefe der neutralen Faser wird in Gleichung A.1 durch die Größe  $y$  beschrieben, der mittlere Biegeradius  $r_m$  wurde lichtmikroskopisch bestimmt. Durch Einsetzen der verschiedenen Größen wurde für die Länge  $L$  ein Wert von 13,87 mm berechnet. Aus der Längenänderung  $\Delta L$  lässt sich anhand von Gleichung A.2 die Dehnung durch die Biegung berechnen:

$$\varepsilon = \frac{\Delta L}{L_0} = \frac{L_0 - L}{L_0} = 0,075 \quad \text{Gleichung A.2}$$

Die berechnete Dehnung  $\varepsilon=0,075$  entspricht der mittleren Dehnung über den gesamten betrachteten Biegebereich  $L$  (Abb. A.9, unten). Aufgrund der symmetrischen Dehnungsverteilung bei der Biegung ergibt sich der Wert für die maximale Dehnung im Biegebereich durch den Faktor 2, sodass unmittelbar am oberen Auflager eine maximale Dehnung von  $\varepsilon=0,15$  vorliegt.

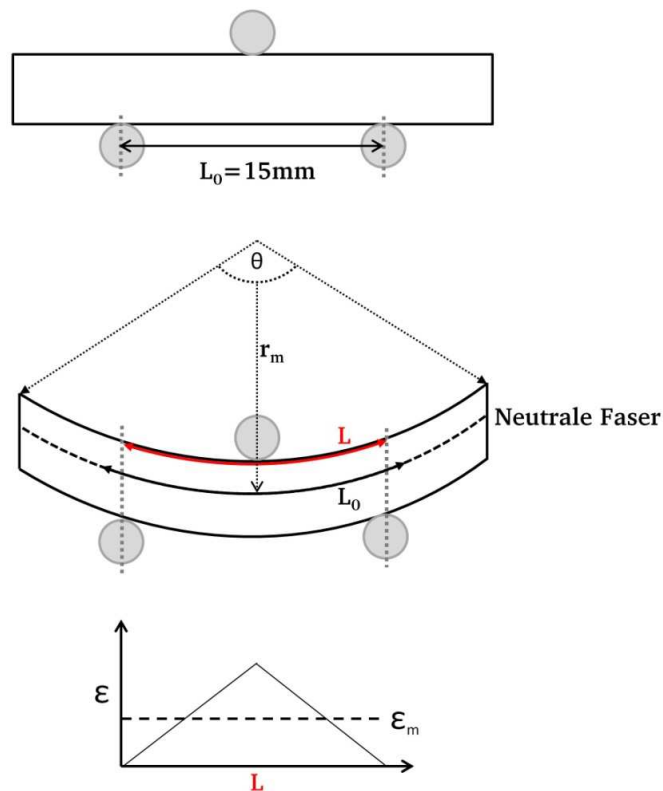


Abb. A.9: Ungebogener Zustand (oben), Annäherung des gebogenen Stäbchens durch einen Kreisbogen (Mitte) und schematische Dehnungsverteilung entlang des gebogenen Probenbereiches  $L$  (unten)

Die Dehnrage lässt sich über die Belastungsgeschwindigkeit  $v$  und die bereits berechnete Dehnung und Längenänderung bestimmen (Gleichung A.3):

$$\dot{\varepsilon} = \frac{v \cdot \varepsilon}{\Delta L} = 0,32 s^{-1} \quad \text{Gleichung A.3}$$

### A.3 Abschätzung der Dehnrate (HPT-Versuche)

Die bei den HPT-Versuchen eingebrachte Scherdehnung  $\gamma$  wurde für die verschiedene Anzahl an Umdrehungen und bestimmte Probenradien berechnet (siehe Tabelle 3.5). Über die Umdrehungsdauer  $t$  und die Scherdehnungen kann die jeweilige Dehnrate in den Probenbereichen bestimmt werden (Gleichung A.4):

$$\dot{\epsilon} = \frac{\gamma}{t} \quad \left[ \frac{1}{s} \right] \quad \text{Gleichung A.4}$$

Die Umdrehungsdauer  $t$  wurde über die vorgegebene Geschwindigkeit von  $v=15$  Umdrehungen/Minute und die Anzahl an Umdrehungen bestimmt. In Tabelle A.2 sind alle Größen im Überblick dargestellt.

Tabelle A.2: Berechnete Versuchsdauern und Dehnraten für die HPT-Proben aus ZStE500

| Umdrehungen | Radius [mm] | Scherdehnung $\gamma$ | Umdrehungsdauer $t$ [s] | Dehnrate $\dot{\epsilon}$ [ $s^{-1}$ ] |
|-------------|-------------|-----------------------|-------------------------|--|
| n=0,25      | 4           | 3,14                  | 225                     | 0,014                                  |
|             | 16          | 12,56                 |                         | 0,056                                  |
| n=0,5       | 4           | 6,25                  | 450                     | 0,014                                  |
|             | 16          | 25,13                 |                         | 0,056                                  |





---

## Lebenslauf

---

Vanessa Kaune

Geboren am 11. Mai 1984 in Dieburg

## Bildungsweg

---

|                   |  |
|-------------------|--|
| 08/1994 – 06/2003 | Edith-Stein-Schule,<br>katholisches Gymnasium in Darmstadt   |
| 09/2003 – 10/2008 | Studium der Materialwissenschaft an der Technischen<br>Universität Darmstadt   |
| 12/2008 – 05/2009 | Diplomarbeit im Fachgebiet der Physikalischen Metall-<br>kunde an der Technischen Universität Darmstadt<br>Thema: „Hochgeschwindigkeitsfräsen von UFG-Gefügen“<br>Abschluss als Diplom-Ingenieur |
| 07/2009 – dato    | Wissenschaftliche Mitarbeiterin und Doktorandin im<br>Fachgebiet Physikalische Metallkunde des Fachbereichs<br>Material- und Geowissenschaften an der Technischen<br>Universität Darmstadt       |

---



---

## **Eidesstattliche Erklärung**

---

Ich erkläre hiermit an Eides statt, dass ich meine Dissertation selbstständig und nur mit den angegebenen Hilfsmitteln angefertigt habe. Ich habe noch keinen Promotionsversuch unternommen.

Darmstadt, im August 2013

---



---

## **Danksagung**

---

Die vorliegende Arbeit wurde im Zeitraum von Juli 2009 bis August 2013 am Fachgebiet Physikalische Metallkunde des Fachbereichs Material- und Geowissenschaften der Technischen Universität Darmstadt angefertigt. Sie entstand im Rahmen des von der Deutschen Forschungsgemeinschaft (DFG) geförderten Sonderforschungsbereichs (SFB) 666 „Integrale Blechbauweisen höherer Verzweigungsordnung – Entwicklung, Fertigung, Bewertung“. Allen, die zum Gelingen der Arbeit beigetragen haben, möchte ich an dieser Stelle meinen herzlichen Dank aussprechen, insbesondere:

Herrn Prof. Dr.-Ing. C. Müller für die Möglichkeit, diese Arbeit in der Physikalischen Metallkunde durchführen zu können. Sein stets entgegengebrachtes Vertrauen und die zahlreichen anregenden Diskussionen haben wesentlich zum Gelingen dieser Arbeit beigetragen;

Frau Dr. B. Xu vom Fachgebiet Mechanik funktionaler Materialien der TU Darmstadt für die Übernahme des Koreferats;

Herrn Prof. Dr.-Ing. Dipl. Wirtsch.-Ing. P. Groche vom Institut für Produktionstechnik und Umformmaschinen der TU Darmstadt für die stets fruchtbare Kooperation mit seinem Institut;

Herrn Dr.-Ing. E. Bruder für sein stets entgegengebrachtes Interesse und die Diskussionsbereitschaft;

Herrn M. Hockauf und P. Frint am Institut für Werkstofftechnik der TU Chemnitz für die Durchführung der ECAP Versuche;

Herrn A. Hohenwarter am Lehrstuhl für Materialphysik der Montan Universität Leoben für die Durchführung der HPT Versuche;

Frau C. Wasmund, Frau U. Kunz und Frau P. Neuhäusel für die allzeitige Unterstützung bei der Versuchsdurchführung;

Herrn S. Bruns, Herrn L. Romanowski und Frau S. Heidt für die Probenpräparation und die FEM Simulationen;

---



---

Herrn W. Schmitt, Herrn C. Ludwig, Herrn F. Rullmann und Herrn F. Bäcker für die Herstellung der Spaltprofile und Spaltbiegeprofile, die Unterstützung bei maschinenbaulichen Fragen und die gute Zusammenarbeit;

Frau J. Schuster und Frau A. Fuchs sowie allen Mitarbeitern der Physikalischen Metallkunde für die Unterstützung, die gute Zusammenarbeit und die angenehme Arbeitsatmosphäre;

Meinen Eltern und Basti für die Unterstützung, das entgegengebrachte Vertrauen und den Rückhalt in jeder Situation.

---